ELS-Detektor C-650
Bedienungsanleitung

11593556 de

Impressum

Produktdentifikation:
Bedienungsanleitung (Original), ELS-Detektor C-650

11593556 de

Publikatumsdatum:
09.2015, Version B

BÜCHI Labortechnik AG
Meierseggstrasse 40
Postfach
CH-9230 Flawil 1

E-Mail: quality@buchi.com

BÜCHI behält sich das Recht vor, diese Anleitung auf Grund künftiger Erfahrungen nach Bedarf zu ändern. Dies gilt insbesondere für Aufbau, Abbildungen und technische Details.

Diese Bedienungsanleitung ist urheberrechtlich geschützt. Darin enthaltene Informationen dürfen nicht reproduziert, vertrieben oder für Wettbewerbszwecke verwendet oder Drittparteien zur Verfügung gestellt werden. Es ist ebenfalls untersagt, mit Hilfe dieser Anleitung irgendeine Komponente ohne vorherige schriftliche Zustimmung herzustellen..

Inhaltsverzeichnis

1 Über diese Bedienungsanleitung 5

1.1 Abkürzungen 5

2 Sicherheit 6

2.1 Anforderungen an den Benutzer 6

2.2 Bestimmungsgemässe Verwendung 6

2.3 Nicht bestimmungsgemässe Verwendung 6

2.4 Verwendete Sicherheitswarnungen und Sicherheitssymbole 7

2.5 Produktsicherheit 9

2.5.1 Allgemeine Gefahren 9

2.5.2 Warnaufkleber auf Gehäuse und Bauteilen 10

2.5.3 Persönliche Schutzausrüstung 10

2.6 Allgemeine Sicherheitsvorschriften 10

2.6.1 Verantwortung des Betreibers 10

2.6.2 Wartungs- und Pflegepflicht 10

2.6.3 Zu verwendende Ersatzteile 10

2.6.4 Modifikationen 11

3 Technische Daten 12

3.1 Lieferumfang 12

3.1.1 Standardgerät 12

3.1.2 Standardzubehör 12

3.1.3 Optionales Zubehör 13

3.2 Überblick technische Daten 13

4 Funktionsbeschreibung 14

4.1 Ansicht des Geräts 14

4.2 Funktionsprinzip 15

4.2.1 Zerstäuben 15

4.2.2 Verdampfen des Lösungsmittels 17

4.2.3 Detektieren 17

4.3 Eluentendurchflussteilung 18

5 Inbetriebnahme 19

5.1 Aufstellungsort 19

5.2 Elektrische Verbindungen 20

5.3 Gaszufuhr 21

5.4 Entlüftungs- und Abflussanforderungen 23

5.5 Installieren des Zerstäuber/Glasgefäss-Aufbaus 24

5.5.1 Anschliessen des Siphon-Überlaufs 25

5.5.2 Anschliessen des Zerstäubergases an den Zerstäuber 25

5.6 Installieren des Durchflussteilers 26

5.6.1 Anschliessen des Durchflussteilers 26

5.6.2 Einstellen der Flussrate des ELSD-Teilers 26

5.6.3 Anschliessen des ELSD-Zerstäubers 27

5.7 Einschalten des Geräts 27

5.8 Bedienfeld 27
5.8.1 Digitalanzeige 27
5.8.2 Bedienoberfläche 28
5.9 Verfahren für erste Prüfungen 35
5.9.1 Vorbereitende Aktivitäten 35
5.9.2 Prüfen auf Stromrauschen 36
5.9.3 Prüfen auf Hintergrundrauschen (Falschlicht) 36
5.9.4 Prüfen auf Lösungsmittelrauschen 36
5.9.5 Prüfen auf Säulenrauschen 37
6 Bedienung 38
6.1 Vorbereiten des Geräts für die Bedienung 38
6.2 Ausführen der Funktion Autozero für den Detektor 38
6.2.1 Manuell 38
6.2.2 Extern 39
6.3 Routinemässige Bedienung des Detektors 39
6.4 Optimieren der Leistung 40
6.4.1 Auswählen der optimalen Temperatur 40
6.4.2 Optimieren der mobilen Phase 40
6.4.3 Probenvorbehandlung 41
6.4.4 Säulenbehandlung 41
6.4.5 Optimieren des Rauschfilters 42
6.5 Ausschalten und Ausserbetriebnahme des Detektors 42
7 Wartung 44
7.1 Kundendienst 45
8 Fehlerbehebung 46
8.1 Allgemeine Informationen zur Fehlerbehebung 46
8.2 Erste Aktivitäten zur Fehlerbehebung 46
8.3 Ausführen der Rauschprüfung 47
8.4 Spezifische Fehlerbehebung für den Detektor 47
8.5 Reinigungs- und Austauschverfahren für den Zerstäuber 48
8.6 Probleme beim Gasdurchfluss 50
8.7 Reinigung und Dekontamination 50
8.7.1 Reinigung des Geräts 50
8.7.2 Dekontamination des Geräts 51
8.8 Austauschen der Lichtquelle 51
9 Ausserbetriebnahme, Lagerung, Transport und Entsorgung 52
9.1 Vorbereitung des Geräts für Lagerung und Transport 52
9.2 Lagerung und Transport 52
10 Ersatzteile 53
11 Erklärungen 54
11.1 FCC requirements (for USA and Canada) 54
11.2 Konformitätserklärung 55

1 Über diese Bedienungsanleitung

Diese Bedienungsanleitung enthält eine Beschreibung des Tieftemperatur-Verdampfungs-Lichtstreudetektors C-650 und alle Informationen, die zur sicheren Bedienung und zur Erhaltung des Geräts in funktionstüchtigem Zustand erforderlich sind. Sie wendet sich insbesondere an Laborpersonal und Betreiber.

Lesen Sie diese Bedienungsanleitung sorgfältig, bevor Sie Ihr System in Betrieb nehmen. Berücksichtigen Sie insbesondere die Sicherheitshinweise in Kapitel 2. Bewahren Sie das Handbuch in unmittelbarer Nähe des Geräts auf, damit Sie jederzeit darin nachschlagen können.

Technische Veränderungen am Gerät sind ohne vorherige schriftliche Genehmigung von BÜCHI untersagt. Nicht genehmigte Veränderungen können die Sicherheit des Systems beeinträchtigen und Unfälle verursachen. Änderungen der technischen Daten vorbehalten.

HINWEIS
Die Sicherheitssymbole sind in Kapitel 2 beschrieben.

Diese Bedienungsanleitung ist urheberrechtlich geschützt. Informationen daraus dürfen nicht reproduziert, verbreitet, zum Zweck der Wettbewerbsverzerrung genutzt oder Dritten zugänglich gemacht werden. Auch die Herstellung von Komponenten anhand dieser Bedienungsanleitung ohne vorherige schriftliche Genehmigung durch BÜCHI ist unzulässig.

Das Original dieser Bedienungsanleitung ist in englischer Sprache abgefasst und dient als Grundlage für alle Übersetzungen. Diese Bedienungsanleitung steht in weiteren Sprachen im Internet unter der Adresse www.buchi.com zum Download zur Verfügung.

1.1 Abkürzungen

ELSD: Evaporative Light Scattering Detector (Verdampfungs-Lichtstreudetektor)

2 Sicherheit

In diesem Kapitel wird das Sicherheitskonzept des Geräts vorgestellt. Es beinhaltet allgemeine Verhaltensregeln und Gefahrenwarnungen für den Einsatz des Geräts.

Die Sicherheit von Benutzern und Personal kann nur sichergestellt werden, wenn diese Sicherheitsanweisungen und die sicherheitsrelevanten Warnungen in den einzelnen Kapiteln strengstens beachtet und befolgt werden. Deshalb muss diese Bedienungsanleitung allen Benutzern jederzeit zur Verfügung stehen.

2.1 Anforderungen an den Benutzer

Das Gerät darf ausschliesslich von Laborpersonal und entsprechend erfahrenen oder ausgebildeten Personen bedient werden. Diese kennen die Gefahren, die beim Einsatz des Geräts entstehen können.

Personal ohne entsprechende Ausbildung oder Personen, die sich in Ausbildung befinden, bedürfen einer sorgfältigen Instruktion. Diese Bedienungsanleitung dient als Grundlage hierzu.

2.2 Bestimmungsgemässe Verwendung

Das Gerät wurde für den Betrieb in Labors konzipiert und konstruiert. Der ELSD C-650 ist ein Stand-Alone-Gerät. Der C-650 wurde für die Detektion von Verbindungen im Eluenten aus der präparativen Chromatographie konzipiert.

2.3 Nicht bestimmungsgemässe Verwendung

Jede andere als die erwähnten Verwendungen sowie jede Anwendung, die nicht den technischen Daten entspricht, gilt als nicht bestimmungsgemässe Verwendung.

GEFAHR

Während jeder nicht bestimmungsgemässen Verwendung kann die Wirksamkeit der Schutzsysteme der Geräte beeinträchtigt sein.

- Jede nicht bestimmungsgemässe Verwendung der Geräte vermeiden!

Der Betreiber haftet alleinig für alle Schäden, die durch die nicht bestimmungsgemässe Verwendung des Geräts hervorgerufen werden.

Insbesondere folgende Anwendungen sind unzulässig:

- Einsatz des Geräts in Räumen, die explosionsgeschützte Geräte erfordern.
- Verarbeiten von Proben, die durch Schlag, Reibung, Wärme oder Funkenbildung explodieren oder sich entzünden können (z. B. Sprengstoffe).

2.4 Verwendete Sicherheitswarnungen und Sicherheitssymbole

GEFAHR, WARNUNG, VORSICHT und HINWEIS sind standardisierte Signalwörter zur Kennzeichnung unterschiedlicher Risikostufen für Personen- und Sachschäden. Alle Signalwörter im Zusammenhang mit Personenschäden werden durch das allgemeine Sicherheitssymbol ergänzt.

Lesen Sie die nachstehende Tabelle mit den verschiedenen Signalwörtern und ihren Definitionen zu Ihrer eigenen Sicherheit sorgfältig durch, und stellen Sie sicher, dass Sie alles verstehen!

Symbol	Signalwort	Definition	Risikostufe
⚠	**GEFAHR**	Verweist auf eine gefährliche Situation, die zu schweren Verletzungen oder zum Tod führt, wenn sie nicht vermieden wird.	★★★★
⚠	**WARNUNG**	Verweist auf eine gefährliche Situation, die möglicherweise zu schweren Verletzungen oder zum Tod führt, wenn sie nicht vermieden wird.	★★★☆
⚠	**VORSICHT**	Verweist auf eine gefährliche Situation, die zu leichten oder mittelschweren Verletzungen führen kann, wenn sie nicht vermieden wird.	★★☆☆
nein	**HINWEIS**	Verweist auf mögliche Sachschäden ohne Personenschäden.	★☆☆☆ **(nur Sachschäden)**

Zusätzliche Sicherheitsinformationssymbole können in einem rechteckigen Feld links von Signalwort und Begleittext (siehe Beispiel unten) platziert werden.

Platz für zusätzliche Sicherheitsinformationssymbole.	⚠ **SIGNALWORT** Quelle der Gefährdung. • Auflistung von Massnahmen zur Vermeidung der beschriebenen Gefährdung oder Gefahrensituation • ... • ...

Tabelle ergänzender Sicherheitsinformationssymbole

Die nachstehende Tabelle enthält alle in der vorliegenden Betriebsanleitung verwendeten Sicherheitsinformationssymbole und eine Beschreibung ihrer Bedeutung.

Symbol	Bedeutung
	Allgemeine Warnung
	Elektrische Gefährdung
	Hohes Gewicht, Überanstrengung vermeiden

Symbol	Bedeutung
	Gesundheitsschädliche Stoffe
	Quetschkante, mechanische Gefährdung
	Brandgefahr
	Heisser Gegenstand, heisse Oberfläche
	Beschädigung des Geräts
	Einatmen von Substanzen
	Verätzungen durch ätzende Stoffe
	Laborkittel tragen
	Schutzbrille tragen
	Schutzhandschuhe tragen
	Hohes Gewicht, zum Heben sind mehrere Personen erforderlich

Zusätzliche Benutzerinformationen

Absätze mit der Überschrift HINWEIS enthalten wertvolle Informationen für die Arbeit mit Gerät, Software oder Zubehör. Hinweise stehen nicht im Zusammenhang mit Gefährdungen oder Beschädigungen (siehe nachstehendes Beispiel).

HINWEIS

Nützliche Tipps für die einfache Bedienung des Geräts bzw. der Software.

2.5 Produktsicherheit

Der ELSD wurde auf der Grundlage neuester technischer Erkenntnisse entwickelt und gefertigt. Trotz allem können Gefahren für Benutzer, Gegenstände und die Umwelt entstehen, wenn das Gerät nicht mit der erforderlichen Sorgfalt oder unsachgemäss eingesetzt wird.

Der Hersteller weist auf die vom Gerät ausgehenden Restgefahren hin,

- wenn es von nicht entsprechend geschultem Personal bedient wird
- wenn es nicht bestimmungsgemäss verwendet wird

Die entsprechenden Warnungen in diesem Handbuch dienen dazu, den Benutzer auf diese Restgefahren hinzuweisen.

2.5.1 Allgemeine Gefahren

Berücksichtigen Sie folgende Sicherheitshinweise:

GEFAHR

Beim Einsatz in explosionsgefährdeten Umgebungen besteht Lebensgefahr oder die Gefahr schwerer Verletzungen!
- Gerät nicht in explosionsgefährdeten Umgebungen lagern oder betreiben
- Sorgen Sie für eine ausreichende Belüftung, und stellen Sie sicher, dass Rauch direkt abgesaugt wird

WARNUNG

Tod oder schwere Verbrennungen durch brennbare Dämpfe, Flammen und Funken.
- Alle Ursachen für die Bildung brennbarer Dämpfe, von Flammen und Funken entfernen
- Keine brennbaren Chemikalien in der Nähe des Geräts lagern

HINWEIS

Gefahr von Beschädigungen des Geräts durch Flüssigkeiten oder Erschütterungen.
- Keine Flüssigkeiten über das Gerät oder seine Komponenten schütten
- Gerät nicht bewegen, solange sich Probenflüssigkeit darin befindet
- Gerät und seine Komponenten nicht fallen lassen
- Erschütterungen des Geräts von aussen vermeiden
- Gerät in erdbebengefährdeten Gebieten an der Arbeitsfläche fixieren
- Gerät nicht ohne Schutzschild betreiben

HINWEIS

Gefahr einer Beschädigung des Geräts bei falscher Stromversorgung.
- Die externe Stromversorgung muss die auf dem Typenschild angegebene Netzspannung aufweisen
- Für ausreichende Erdung sorgen

2.5.2 Warnaufkleber auf Gehäuse und Bauteilen

Auf dem Gehäuse oder den Bauteilen des C-650 sind folgende Warnaufkleber angebracht:

Symbol	Bedeutung	Ort der Anbringung
	Heisser Gegenstand, heisse Oberfläche	Aufkleber / Plakette am Heizblock

2.5.3 Persönliche Schutzausrüstung

Immer persönliche Schutzausrüstung (Schutzbrille, Schutzkleidung und Schutzhandschuhe) tragen. Die persönliche Schutzausrüstung muss allen Anforderungen der ergänzenden Datenblätter der verwendeten Chemikalien entsprechen.

WARNUNG

Schwere Verätzungen durch ätzende Stoffe.

- Beachten Sie die ergänzenden Datenblätter aller Verbrauchschemikalien
- Tragen Sie immer eine Schutzbrille
- Tragen Sie immer Schutzhandschuhe
- Tragen Sie immer Schutzkleidung

2.6 Allgemeine Sicherheitsvorschriften

2.6.1 Verantwortung des Betreibers

Der Laborleiter ist für die Instruktion seines Personals verantwortlich.

Der Betreiber setzt den Hersteller umgehend über alle sicherheitsrelevanten Unfälle in Kenntnis, die bei der Bedienung des Geräts auftreten. Die für das Gerät anzuwendenden rechtlichen Vorschriften, z. B. örtliche, staatliche und Bundesgesetze, sind strikt zu befolgen.

2.6.2 Wartungs- und Pflegepflicht

Der Betreiber ist dafür zuständig, sicherzustellen, dass das Gerät ausschliesslich in einwandfreiem Zustand betrieben wird und dass die Wartung, der Service und Instandsetzungsarbeiten mit der nötigen Sorgfalt und rechtzeitig sowie ausschliesslich durch autorisiertes Personal durchgeführt werden.

2.6.3 Zu verwendende Ersatzteile

Um die ordnungsgemässe und zuverlässige Funktion des Systems zu gewährleisten, dürfen nur Original-Verbrauchsmaterial und -Ersatzteile verwendet werden. Ohne vorherige schriftliche Genehmigung durch den Hersteller dürfen keinerlei Modifikationen an den verwendeten Ersatzteilen vorgenommen werden.

2.6.4 Modifikationen

Modifikationen am Gerät sind ausschliesslich nach Rücksprache mit dem Hersteller und dessen schriftlicher Genehmigung erlaubt. Modifikationen und Aktualisierungen dürfen ausschliesslich durch einen autorisierten Servicetechniker von BÜCHI durchgeführt werden. Der Hersteller lehnt Schadenersatzansprüche ausnahmslos ab, die auf nicht genehmigte Modifikationen zurückgehen.

3 Technische Daten

In diesem Kapitel werden die Gerätespezifikationen vorgestellt. Es umfasst den Lieferumfang, die technischen Daten, Anforderungen und Leistungsdaten.

3.1 Lieferumfang

Überprüfen Sie den Lieferumfang gemäss Bestell-Nummer.

HINWEIS

Weitere Informationen über die angeführten Produkte erhalten Sie von Ihrem Händler oder im Internet unter www.buchi.com.

3.1.1 Standardgerät

Tabelle 3.1: Standardgerät

Produkt	Bestell-Nummer
ELS-Detektor C-650 (230 V/50 Hz)	11059105
ELS-Detektor C-650 (115 V/60 Hz)	11059106

3.1.2 Standardzubehör

Tabelle 3.2: Standardzubehör

Produkt	Bestell-Nummer
C-650-Signalkabel	11059100
C-650-Autozero-Kabel	11059165
C-650-Kabel für externen Anschluss	11059229
C-650-RS232-Kabel	11059275
Gasverschlauchung, 6 mm, 2 m + 1 m	11059276
Sicherungsset (115 V)	11059172
Sicherungsset (230 V)	11059173

3.1.3 Optionales Zubehör

Tabelle 3.3: Optionales Zubehör

Produkt	Bestell-Nummer
Durchflussteiler	11059007

3.2 Überblick technische Daten

Tabelle 3.4: Technische Daten

Abmessungen (B×H×T)	250×450×550 mm
Anschlussspannung	115 VAC (±10 %)/60 Hz/1,8 A oder 230 VAC (±10 %)/50 Hz/1,7 A
Gewicht	18,5 kg
Überspannungskategorie	II
Verschmutzungsgrad	2
Umgebungsbedingungen Temperatur Höhe Luftfeuchtigkeit	Ausschliesslich für den Einsatz im Innenbereich 5–40 °C Bis zu 2000 m NHN maximale relative Feuchte 80 % bei Temperaturen bis 31 °C, danach linear absteigend bis auf 50 % bei 40 °C
Detektion	Hochempfindlicher Photomultiplier
Lichtquelle	Hocheffiziente, leistungsstarke blaue LED
Temperaturbereich	Raumtemperatur bis 100 °C
Gasdurchflusssteuerung	Manueller und über Computer gesteuerter (Ausschalten) Zerstäubungsgasdurchfluss und patentierter Hilfsgas-durchfluss
Gasverbrauch	Weniger als 5 l/min
Eluentenflussrate	100 µl/min bis 5 ml/min
Instrumentenkontrolle	Mikroprozessor mit manuellem Bedienfeld oder PC-Steue-rung
Betriebsparameterkontrolle	LCD-Panel
Signalabweichung	Weniger als 2 mV/30 min
Signalausgang	0–1 V (analog), RS-232 (digital)
Eingänge	Remote-Autozero (Kontaktgabe und TTL) Remote-Ausschaltmodus (Kontaktgabe und TTL)
Ausschaltmodus	General Standby Cleaning
Nullkontrolle	Manuelles Autozero und Remote-Autozero

4 Funktionsbeschreibung

In diesem Kapitel werden die Grundprinzipien des Geräts, sein Aufbau und die Funktionsweise der Bauteile erläutert.

4.1 Ansicht des Geräts

Abb. 4.1: Ansicht des Geräts

Der C-650 wurde für die Detektion von Verbindungen im Eluenten aus der präparativen Chromatographie konzipiert. Mit ihm können Eluentenflussraten von 0.1 mL/min bis 5 mL/min überwacht werden. Evaporative Light-Scattering Detection (Verdampfungs-Lichtstreudetektion) ist eine nahezu universelle Methode, mit der alle nichtflüchtigen Analyten detektiert werden können. Im Gegensatz zu anderen Detektionsmodi wie UV-Detektion hängt sie nicht von der Strahlungsabsorption ab und wird nicht durch die Absorptionsmerkmale des Lösungsmittels beeinflusst. Daher können Lösungsmittel verwendet werden, die UV-Strahlung absorbieren. Das Lösungsmittel wird vollständig verdampft, deshalb kann zur Optimierung der Trennung ein Gradient gebildet werden.

Der Detektor wird über die Tastatur und die digitale LCD-Anzeige auf dem Bedienfeld oder über RS-232 kontrolliert. Das ausgegebene analoge Signal kann an einen Schreiber, einen Integrator oder eine Datenstation wie BÜCHI SeparcoreRecord oder SepacoreControl Software gesendet werden.

Der Detektor besteht aus einer Zerstäubungskammer, einem Verdampfungsrohr und einer Detektionskammer. Das Verdampfungsrohr wird zur Verdampfung des Lösungsmittels erwärmt.

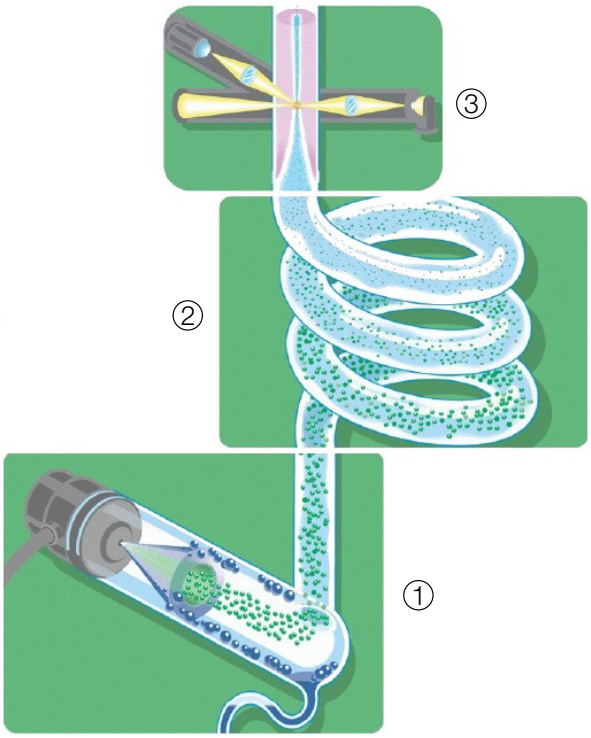
4.2 Funktionsprinzip

Die Bedienung des Detektors umfasst drei eigenständige Schritte: Zerstäuben des Eluenten, Verdampfen des Lösungsmittels und Detektieren der relevanten Verbindung(en).

Zerstäuben --> Verdampfen --> Detektieren

Die Zerstäubung umfasst die Umwandlung des Eluenten in ein feines Aerosol, welches durch einen Heizwendel fliesst, damit das Lösungsmittel verdampft wird. Die entstehenden Partikeln werden dann durch eine Lichtquelle bestrahlt, und das Streulicht durch einen Photomultiplier gemessen; dieser Vorgang bezieht sich auf die Konzentration der relevanten Verbindung in der Probe.

Im Folgenden ist das Gerät in einer Querschnittsansicht dargestellt.



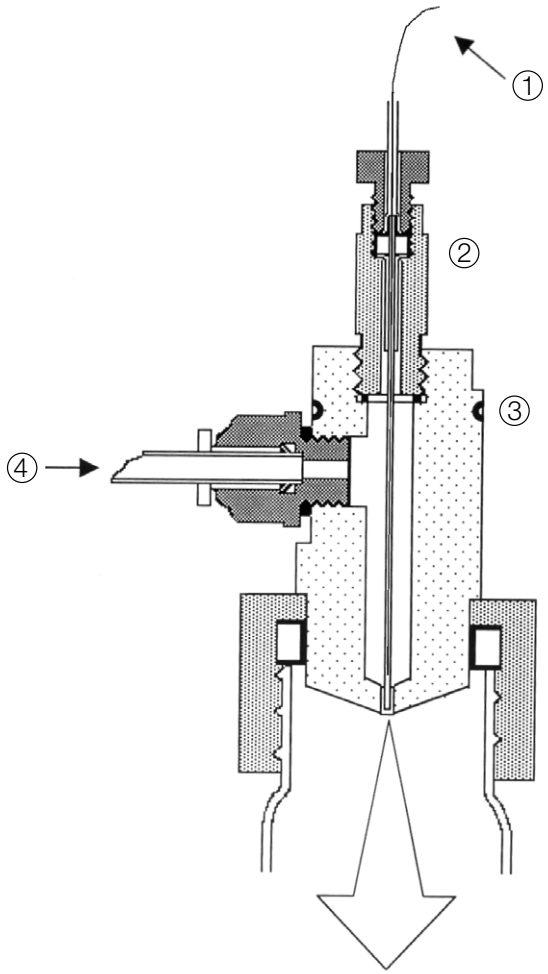
① Zerstäuben
② Verdampfen
③ Detektieren

Abb. 4.2: Querschnittsansicht des Detektors

4.2.1 Zerstäuben

Der Eluent aus dem Chromatographen wird durch das Eingangsgas (in der Regel Luft oder Stickstoff) zerstäubt. Am Ausgang des Zerstäubers strömt das Aerosol durch eine Kammer. Grosse Tröpfchen im Aerosol setzen sich in einem Siphon ab, während der Feinnebel zum Verdampfungsrohr strömt. Der Gesamtaufbau des Zerstäubers ist in Abb. 4.3, Seite 16 dargestellt, die Verneblerkammer in Abb. 4.4, Seite 16.

Der Flash-Chromatographie-Zerstäuber besitzt eine Flussrate von 0.1 mL/min bis 5 mL/min und einen Gegendruck von 4 bar (1 mL/min) bei der Verwendung von Wasser.



① Flüssigkeitseingang
② Farbige Dichtung
③ Ring
④ Gaseingang

Abb. 4.3: Aufbau des Zerstäubers

Abb. 4.4: Glasgefäss

4.2.2 Verdampfen des Lösungsmittels

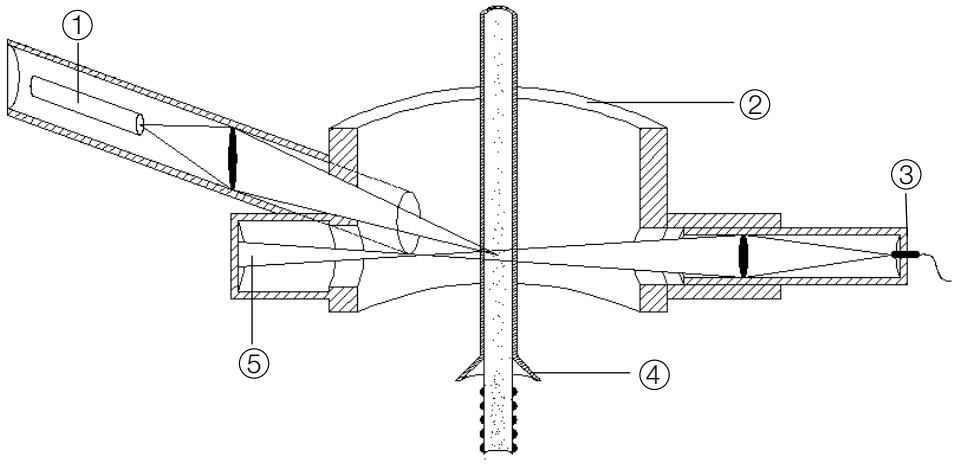
Zum Verdampfen des Lösungsmittels wird ein erwärmtes Rohr verwendet. Der Ausgang des erwärmten Rohrs führt direkt in die Detektionskammer.

In der Flüssigchromatographie werden in der Regel Wasser sowie organische Lösungsmittel mit niedrigem Siedepunkt eingesetzt (beispielsweise CH_3OH, $CHCl_3$, CH_3CN). Eine typische mobile Phase für eine Umkehrphasentrennung mit Verdampfungs-Lichtstreudetektion könnte CH_3OH/H_2O (60/40) lauten, eine typische mobile Phase für Normalphasentrennung C_6H_{14}/$CHCl_3$ (60/40).

Wenn Säuren, Laugen und Salze eingesetzt werden, um die mobile Phase für die gewünschte Trennung zu modifizieren, sollten sie sich im Verdampfungsrohr schnell verdampfen, sublimieren oder in Gase zerlegen lassen. Zu den Modifikatoren für die mobile Phase, die allgemein bei Einsatz eines Verdampfungs-Lichtstreudetektors verwendet werden, gehören NH_4OH, $(C_2H_5)_3N$, NH_4, Acetat, NH_4-Formiat, HCOOH, CH_3COOH und CF_3COOH.

4.2.3 Detektieren

Das Trägergas transportiert die Mikropartikel vom Heizrohr in die Detektionskammer (Abb. 4.5, Seite 17).



① Photomultiplier
② Detektionskammer
③ LED
④ Zusatzgas
⑤ Lichtfalle

Abb. 4.5: Detektionskammer

Die Detektionskammer enthält eine Leuchtdiode (LED) und einen Photomultiplier, der in einem Winkel von 100° zum Lichtstrahl positioniert ist (Abb. 4.5, Seite 17). Wenn das Trägergas Mikropartikel enthält, wird das Licht gestreut und vom ausseraxialen Photomultiplier detektiert.

Die Intensität des Streulichts ist eine Funktion der Masse der streuenden Teilchen und folgt im Allgemeinen einer Exponentialbeziehung, die in der folgenden Gleichung dargestellt ist.

$I = k\ m^b$

Wobei: **I** die Intensität des Lichts ist

m die Masse der streuenden Teilchen ist

k und b Konstanten sind

Eine Aufzeichnung von log I als Funktion von log m liefert eine lineare Antwortkurve. Die Werte der Konstanten (k und b) hängen von einer Vielzahl von Parametern ab (z. B. der Temperatur und der Art der mobilen Phase).

Ein Eingang für Zusatzgas befindet sich unmittelbar vor der Detektionskammer und bildet einen konzentrischen Schirm für das Trägergas. Er dient dazu, die Diffusion des Trägergases und die Verunreinigung der Detektionskammer zu verhindern.

4.3 Eluentendurchflussteilung

Der C-650-Detektor ist für einen Betrieb mit Flussraten von 0,1 mL/min bis 5 mL/min konzipiert. In Applikationen der präparativen Chromatographie ist die Flussrate meistens höher als 5 mL/min, und mit BÜCHI Systemen für die präparative Chromatographie sind Flussraten von bis zu 250 mL/min möglich. Für präparative Applikationen muss die Eluentenflussrate aus der Chromatographiesäule in 2 unterschiedliche Flussraten aufgeteilt werden:

- Der eine Teil (normalerweise ca. 1 mL/min) wird zum C-650 geleitet. Dieser Teil der Probe wird durch den Verdampfungs- und Diffraktionsprozess zerstört.
- Der andere Teil wird zum Fraktionensammler geleitet, um die detektierten Substanzen zu sammeln.

Die Funktionsweise ist im Folgenden dargestellt:

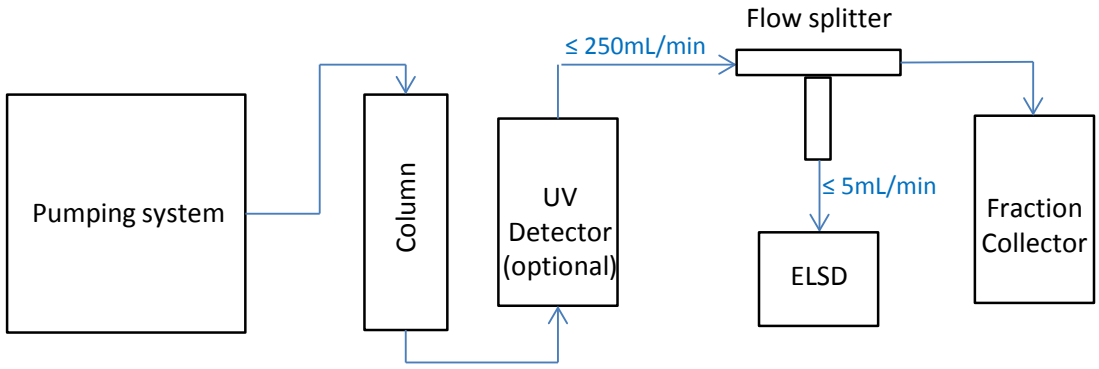


Abb. 4.6: Funktionsweise der Durchflussteilung

5 Inbetriebnahme

In diesem Kapitel sind die Installation und die Erstinbetriebnahme des Geräts beschrieben.

HINWEIS

Untersuchen Sie das Gerät beim Auspacken auf Schäden hin. Beschädigungen gegebenenfalls sofort an Post, Bahn oder Spedition melden.

Originalverpackung für eventuelle weitere Transporte aufbewahren.

5.1 Aufstellungsort

Gerät auf einer stabilen, horizontalen Fläche aufstellen. Dabei maximale Abmessungen und Gewicht beachten. In Abschnitt 3.2, Technische Daten, beschriebene Umgebungsbedingungen schaffen.

Installationsvoraussetzungen:

- Sicherstellen, dass das Gerät nicht Zugluft oder starken Temperaturschwankungen ausgesetzt ist
- Es nicht in der Nähe von Lüftungsöffnungen, Fenstern, Öfen usw. aufstellen
- Sicherstellen, dass jederzeit der Zugang zur Stromversorgung möglich ist, um das Gerät vom Netz zu trennen.
- Sicherstellen, dass zwischen dem Gerät und einem anderen Gegenstand oder einer Wand ein Abstand von mindestens 20 cm bleibt.
- Den Detektor nahe beim Ausgang der Säule platzieren, um die säulenexterne Bandenverbreiterung zu minimieren, die die Auflösung der chromatographischen Trennung reduzieren würde.

⚠ WARNUNG

Beim Einsatz in explosionsgefährdeten Umgebungen besteht Lebensgefahr oder die Gefahr schwerer Verletzungen!

- Gerät nicht in explosionsgefährdeten Umgebungen betreiben
- Gerät nicht mit explosiven Gasgemischen betreiben
- Vor der Bedienung die ordnungsgemässe Installation aller Gasanschlüsse überprüfen
- Entfernen Sie freigesetzte Gase und gasförmige Substanzen direkt mit Hilfe ausreichender Belüftung

⚠ VORSICHT

Gefahr leichter oder mittelschwerer Verletzungen durch das hohe Gewicht des Geräts.

- Gerät nur zu zweit heben
- Gerät nicht fallen lassen
- Gerät auf einer stabilen, ebenen und vibrationsfreien Oberfläche aufstellen
- Keine Körperteile in die Quetschzone bringen
- Das Gerät mit den Händen unter dem Gerät transportieren

	HINWEIS
	Gefahr von Beschädigungen des Geräts durch Flüssigkeiten oder Erschütterungen. • Keine Flüssigkeiten über das Gerät oder seine Komponenten schütten • Gerät nicht bewegen, solange sich Probenflüssigkeit darin befindet • Erschütterungen des Geräts von aussen vermeiden • Gerät in erdbebengefährdeten Gebieten an der Arbeitsfläche fixieren

HINWEIS

Als Detektor, der Proben zerstört, sollte der C-650 der letzte Detektor im Durchflusspfad sein, oder er kann mit einem Teiler verwendet werden.

5.2 Elektrische Verbindungen

HINWEIS

Externe Verbindungen und Verlängerungen müssen einen Schutzleiter führen (3-polige Kupplungen, Kabel oder Steckvorrichtung). Alle verwendeten Stromkabel müssen für die entsprechende Eingangsleistung geeignet sein.

Es wird empfohlen, alle Komponenten des Flash-Systems an eine gemeinsame Erdung anzuschliessen.

Den Detektor nicht an eine Stromleitung anschliessen, die auch Einheiten mit einer hohen Leistungsaufnahme oder Einheiten versorgt, bei denen Stromstösse auftreten können. Zu diesen Einheiten gehören Kühlschränke, Öfen, Zentrifugen und Abzüge.

	HINWEIS
	Gefahr einer Beschädigung des Geräts bei falscher Stromversorgung. • Die externe Stromversorgung muss die auf dem Typenschild angegebene Netzspannung aufweisen • Für ausreichende Erdung sorgen

Alle elektrischen Verbindungen erfolgen über das Anschlussfeld (Abb. 5.7, Seite 21) auf der Rückseite.

Anschliessen des Schreibers /Integrators:

Wenn ein Schreiber oder Integrator eingesetzt wird, verbinden Sie den Eingang des Schreibers mit dem 1 V-Ausgang auf der Rückseite des Detektors (Abb. 5.7, Seite 21) und der entsprechenden Buchse am Schreiber/Integrator.

Anschliessen von externem Autozero:

Wenn die externe Autozero-Funktion eingesetzt werden soll, stecken Sie das mitgelieferte Kabel in die Anschlussdose «Externes Autozero» am Detektor (Abbildung 5.1) und in die entsprechende Buchse am Steuergerät (z. B. Probenwechsler oder Pumpe) ein.

Informationen zum Betrieb mit dem externen Autozero-Signal finden Sie in Abschnitt 6.2.2.

Anschliessen des Kabels für externe Ereignisse:

Wenn die Funktionen für externe Ereignisse eingesetzt werden sollen, stecken Sie das mitgelieferte Kabel in die entsprechende Buchse auf der Rückseite des Detektors (Abbildung 5.1) und in die entsprechende Buchse am Steuergerät (z. B. Probenwechsler oder Pumpe) ein.

Die weissen Kabel sind Kontaktgabe-«Ausgangskabel», über die ein externes Gerät die Information erhält, ob der Detektor bereit oder nicht bereit ist. Der Detektor befindet sich im Modus «not-ready» (der Kontakt befindet sich in der geschlossenen Stellung), wenn eine der folgenden Bedingungen ermittelt wird:

- Die Lampe ist aus.
- Die Temperatur entspricht nicht dem angegebenen Sollwert.
- Die Temperatur entspricht dem angegebenen Sollwert, ist aber nicht stabil.
- Der Druck liegt unter 2,0 bar.

HINWEIS

Die Stromaufnahme des gesteuerten Geräts darf 20 mA bei 12 VDC nicht überschreiten.

Die blauen Kabel sind Kontaktgabe-«Eingangskabel» zum Ausschalten der Einheit (siehe Abschnitt 6.5) über ein Signal von einem externen Gerät zum Detektor.

Anschliessen des Netzkabels:

Bringen Sie den Ein-/Aus-Schalter in die Position «0», und stecken Sie das Netzkabel in die Buchse auf der Rückseite des Detektors ein.

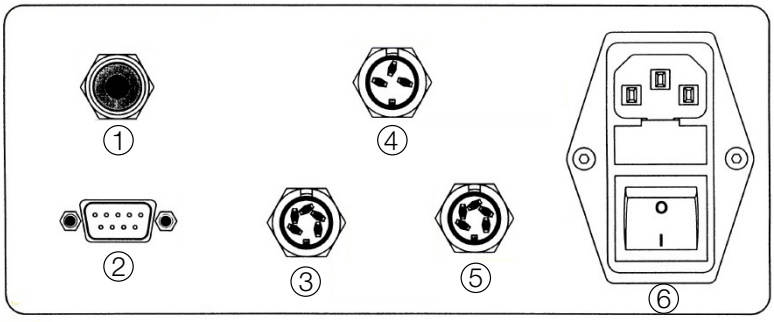
Schalten Sie das Gerät zu diesem Zeitpunkt nicht ein.

Das Netzkabel dieses Detektors besitzt drei Adern und muss an eine geerdete Leitung angeschlossen werden. Alle Komponenten des Chromatographie-Systems sollten an eine gemeinsame Erdung angeschlossen werden. Wenn ein zweiadriger Ausgang eingesetzt wird, stellen Sie sicher, dass ein Adapter verwendet wird, um die dritte Ader an die Erdung anzuschliessen.

5.3 Gaszufuhr

Für den Betrieb des Detektors ist die Zufuhr von gefiltertem, ölfreiem sauberem Gas (z. B. N2, oder Luft bei wässriger mobiler Phase) erforderlich. Reingas ist nicht erforderlich, da Gas nur ein Trägervektor für die Festpartikel ist (beispielsweise ist Luft aus einem Luftkompressor akzeptabel, wenn sie bei der Analyse nicht reaktiv ist).

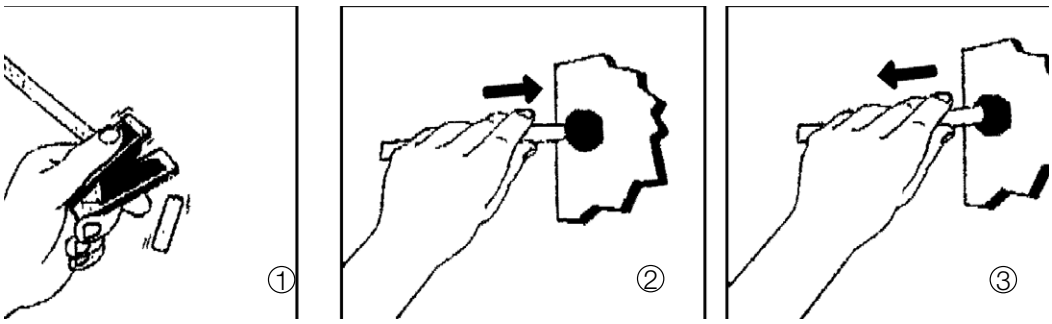
Die Gaszufuhr sollte einen Manometer umfassen. Der Druck sollte auf 2 bar eingestellt werden. Die Einheit wird über die (mitgelieferte) 6 mm Kunststoffverschlauchung mit der Gaszufuhr verbunden. Dazu wird die Verschraubung links oben im Anschlussfeld auf der Rückseite des Detektors verwendet.



① Gaseingang
② RS-232
③ Externe Ereignisse
④ 1-V-Ausgang
⑤ Externes Autozero
⑥ Netzanschluss

Abb. 5.7: Anschlussfeld

Nachdem der Parafilm vom Detektorgaseingang entfernt wurde, die Verschlauchung wie im Folgenden dargestellt zuschneiden und fest in die Verschraubung einführen.



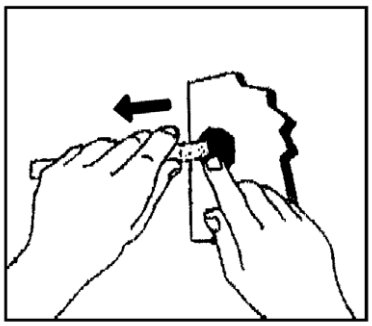
① Schlauch rechtwinklig zuschneiden
② Schlauch bis zum Anschlag in die Verschraubung einführen
③ Am Schlauch ziehen, um den Halt durch den Greifring zu prüfen

Abb. 5.8: Anschlussfeld

Es werden zwei Verschlauchungen mitgeliefert. Wenn Sie das Gerät mit einem externen Filter einsetzen, schliessen Sie die Gasquelle an den Filter und dann den Filter auf der Rückseite der Einheit an.

Stellen Sie sicher, dass es nicht durch eine Beschädigung des Schlauchs oder eine unsachgemässe Installation zu einem Gasaustritt im Labor kommen kann.

Wenn es erforderlich ist, den Schlauch aus dem Gaseingang zu entfernen, orientieren Sie sich an Abb. 5.9, Seite 22.



Um den Schlauch zu entfernen, lösen Sie die Zähne des Greifrings durch einfachen Druck auf die Druckhülse, und ziehen Sie den Schlauch aus der Verschraubung.

Abb. 5.9: Entfernen des Schlauchs aus dem Gaseingang

5.4 Entlüftungs- und Abflussanforderungen

⚠ WARNUNG

Gefahr durch Einatmen giftiger Gase.

- Den schwarzen Auspuffschlauch immer vom Detektor in einen belüfteten Abzug oder eine Entlüftung leiten

Die Abluft und die abfliessende Flüssigkeit dürfen nicht in die Laboratmosphäre gelangen, und entsprechendes Zubehör (z. B. Lösungsmittelfilter) sind in Übereinstimmung mit den Sicherheits- und Gesundheitsschutzanforderungen der lokalen Aufsichtsbehörden zu entsorgen.

Der schwarze Auspuffschlauch des Detektors kann zugeschnitten werden und ist in einen belüfteten Abzug oder eine Entlüftung zu leiten.

Das Vakuum muss moderat sein, um zu vermeiden, dass sich eine Turbulenz im Glasszellensiphon bildet oder Flüssigkeit in das Verdampfungsrohr läuft.

Vermeiden Sie Schleifen oder Knicke im schwarzen Auspuffschlauch, die Kondensationsfallen verursachen und zu schlechten Resultaten führen könnten.

Wenn Gas aus dem Abzug in den Detektor gelangt (d. h., es herrscht ein negativer Druck zwischen Detektor und Abzug), könnte Fremdmaterial aus dem Abzug den Detektor verunreinigen.

Installieren Sie die Abflussverschlauchung (kann zugeschnitten werden) so am Siphonausgang, dass keine Schleifen oder Knicke entstehen, sie direkt zum Abfallbehälter verläuft und die Abfallflüssigkeit ungehindert durch die Abflussverschlauchung fliessen kann.

Befestigen Sie die Abflussverschlauchung so am Eingang des Abfallbehälters, dass das Ende der Abflussverschlauchung nie in die Flüssigkeit im Behälter getaucht wird.

HINWEIS

Stellen Sie sicher, dass der Parafilm™ vom Auspuffschlauch entfernt wird, bevor die Einheit installiert wird.

Die Abflussverschlauchung muss unter Beachtung der Art des Lösungsmittels in einen entsprechenden Behälter geleitet werden. Der Benutzer ist verantwortlich für die Dekontamination oder das Recycling von Rückständen unter Beachtung der Umweltanforderungen lokaler Behörden.

Bitte erkundigen Sie sich bei den lokalen Aufsichtsbehörden nach Sicherheits- und Gesundheitsschutzanforderungen.

Die schwarze Abgasleitung auf der Rückseite der Einheit sollte in einen Abzug entlüftet werden. Stellen Sie sicher, dass der Abzug Gas aus dem Detektor absaugt (d. h., zwischen dem Detektor und dem Abzug sollte ein positiver Druck herrschen). Vergewissern Sie sich, dass es nicht durch eine Beschädigung des Schlauchs oder eine unsachgemässe Installation zu einem Gasaustritt im Labor kommen kann.

Installieren Sie den Entlüftungsschlauch so, dass er nicht blockiert oder geknickt werden kann oder der Gasdurchfluss vom Detektor zum Abzug auf irgendeine Weise eingeschränkt wird.

Vermeiden Sie lange, nach oben führende Schlauchinstallationen, die dazu führen, dass Kondensat zurück in den Detektor tropft.

Wenn ein Verlängerungsschlauch benötigt wird (der mitgelieferte Schlauch nicht lang genug ist), kann eine ausreichend lange PVC-Verschlauchung mit ¾ Zoll ID über die Auspuffverschlauchung geschoben werden.

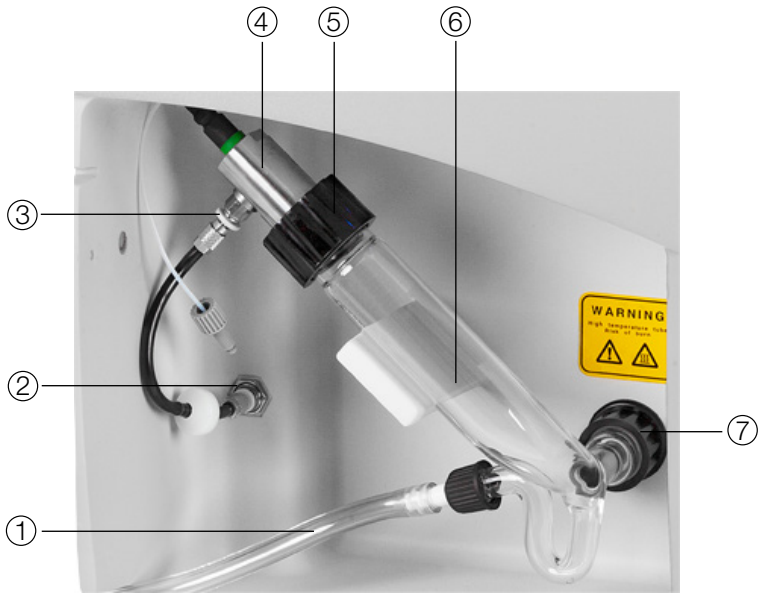
5.5 Installieren des Zerstäuber/Glasgefäss-Aufbaus

ParafilmTM wird zur Abdeckung zahlreicher Öffnungen im Fach, im Zerstäuber und im Glas verwendet, um zu verhindern, dass während des Versands Staubpartikel in den Detektor gelangen.

HINWEIS

Befestigen Sie bei der Installation der transparent-schwarzen vorderen Abdeckung zuerst die rechte Seite, und drücken Sie dann gegen die linke Seite. Ziehen Sie beim Entfernen der vorderen Abdeckung nur an der linken Seite.

Der installierte Zerstäuber/Glasgefäss-Aufbau ist in Abb. 5.10, Seite 24 dargestellt.



① Siphon-Überlauf
② Gaseinwegventil
③ Gaseingangsverschraubung
④ Zerstäuber
⑤ Mutter
⑥ Glasgefäss
⑦ Mutter

Abb. 5.10: Installieren des Zerstäuber/Glasgefäss-Aufbaus

So installieren Sie das Glasgefäss:

Entfernen Sie den ParafilmTM von allen Detektoröffnungen und von der Zerstäubungskammer.

Positionieren Sie das Glasgefäss wie in Abb. 5.10, Seite 24 dargestellt, und ziehen Sie die untere schwarze Mutter an. Das Glasgefäss sollte wie in Abb. 5.11, Seite 24 dargestellt mit der Rückwand bündig abschliessen.

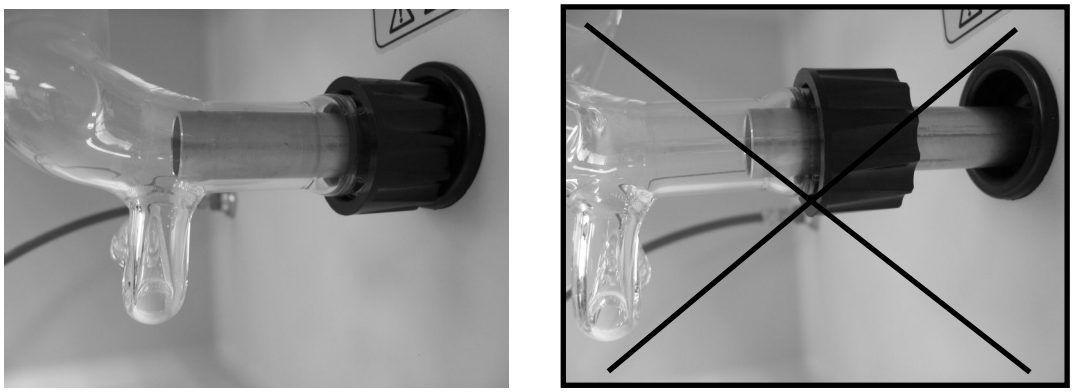


Abb. 5.11: Befestigen der Spitze des Glasgefässes

Verwenden Sie die grosse schwarze Mutter, um den Zerstäuber auf dem Glasgefäss zu positionieren. Füllen Sie den Siphon-Überlauf des Zerstäuber/Glasgefäss-Aufbaus mit der mobilen Phase, die für die Trennung verwendet wird. Wenn Sie ein sehr flüchtiges Lösungsmittel verwenden (z. B. Hexan oder CH2Cl2), füllen Sie den Überlauf mit Wasser. Die Flüssigkeit sollte den gebogenen Teil des Siphons füllen, sich aber nicht unten im Verdampfungsrohr sammeln.

Stellen Sie sicher, dass es nicht durch einen Flüssigkeitsaustritt zu einer Beeinträchtigung der Detektorleistung oder Verschmutzung des Labors kommt.

5.5.1 Anschliessen des Siphon-Überlaufs

Bringen Sie mithilfe des Schlauchkegelstutzens einen Tygon-Abflussschlauchaufbau am Ende des Siphonschlauchs an, und führen Sie den Schlauch zu Abfall und Abfluss. Positionieren Sie den Schlauch so, dass der ausgeschiedene Teil des Lösungsmittels ungehindert aus dem Siphon fliessen kann, und stellen Sie sicher, dass das Schlauchende nicht in die gesammelte Flüssigkeit getaucht wird. Stellen Sie sicher, dass der Abfallflüssigkeitsbehälter der Art des Lösungsmittels entspricht.

Stellen Sie sicher, dass es nicht durch einen Austritt von Flüssigkeit aus dem Siphon zu einer Beeinträchtigung der Detektorleistung oder Verschmutzung des Labors kommt.

Installieren Sie die Abflussverschlauchung (kann zugeschnitten werden) so am Siphonausgang, dass keine Schleifen oder Knicke entstehen, sie direkt zum Abfallbehälter verläuft und die Abfallflüssigkeit ungehindert durch die Abflussverschlauchung fliessen kann.

Befestigen Sie die Abflussverschlauchung so am Eingang des Abfallbehälters, dass das Ende der Abflussverschlauchung nie in die Flüssigkeit im Behälter getaucht wird.

Eine Abflussverschlauchung, die einen Knick aufweist oder in die Flüssigkeit eingetaucht ist, erzeugt Druckschwankungen im Detektor und führt zu schlechten Ergebnissen.

Wenn das von Ihnen eingesetzte Lösungsmittel nicht mit Tygon kompatibel ist (z. B. THF), verwenden Sie stattdessen ein Stück PTFE-Verschlauchung oder ein Material, von dem Sie wissen, dass es mit Ihrem Lösungsmittel kompatibel ist.

Bitte informieren Sie sich bei den lokalen Aufsichtsbehörden über das Recycling von Lösungsmitteln und über Sicherheits- und Gesundheitsschutzanforderungen.

5.5.2 Anschliessen des Zerstäubergases an den Zerstäuber

Schliessen Sie den aus der Vorderseite führenden Zerstäubergasschlauch an der Gaseingangsverschraubung am Zerstäuber an. Siehe Abb. 5.10, Seite 24.

HINWEIS

Stellen Sie sicher, dass die schwarze Gasverschlauchung richtig ausgerichtet ist, das weisse Einwegventil ist am unteren Ende (nahe am Gaseingang).

5.6 Installieren des Durchflussteilers

5.6.1 Anschliessen des Durchflussteilers

Der Durchflussteiler wird als vollständiger Satz geliefert (Artikelnummer 11059007) und muss wie im Folgenden dargestellt im Detektor montiert werden:

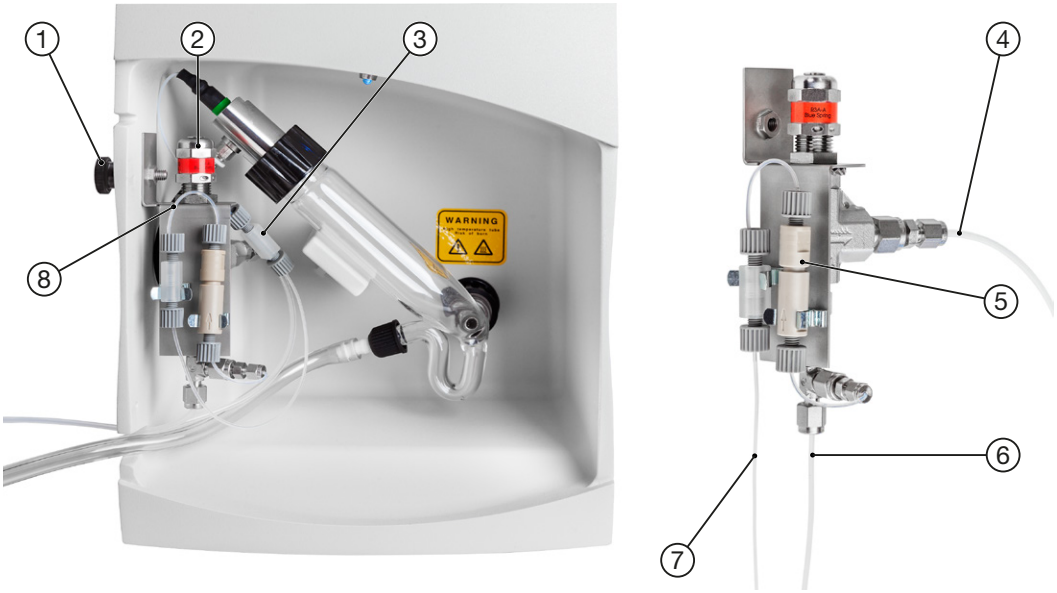


Abb. 5.12: Detektionskammer/Durchflussteiler

① Befestigungsschraube
② Durchflusseinstellknopf
③ Anschlussfitting zum Anschluss des Teilers am Zerstäuber
④ Durchfluss zum Fraktionensammler
⑤ Inline-Filter
⑥ Durchfluss vom Säulenausgang
⑦ Durchfluss zum ELSD-Zerstäuber
⑧ Restriktionskapillare, ID 0,10 mm

1. Befestigen Sie den Teiler mit der Befestigungsschraube a an der linken Seite des ELSD.
2. Schliessen Sie die folgenden Verschlauchungen am Teilersatz an:
   - Ausgang ⑥ von der Säule
   - Verbindungsverschlauchung ④ zum Fraktionensammler

HINWEIS
Schliessen Sie den Teiler erst an den ELSD-Zerstäuber an, nachdem Sie die Flussrate auf 1 mL/min eingestellt haben.

Empfehlung:

Schliessen Sie für Applikationen der präparativen Chromatographie die Säule nach der Konditionierung an den Teiler an.

5.6.2 Einstellen der Flussrate des ELSD-Teilers

3. Entfernen Sie den Schutzaufkleber vom Durchflusseinstellknopf und behalten Sie die vordefinierte Einstellung bei.
4. Starten Sie das Pumpensystem mit dem für Ihre Applikation geeigneten Lösungsmittel.
5. Prüfen Sie die Flussrate. Wenn die Flussrate nicht auf 1 mL/min eingestellt ist, stellen Sie die Flussrate mit dem Durchflusseinstellknopf ein, bis die Flussrate bei der Beschickung ungefähr 1 Tropfen/Sekunde entspricht, was ungefähr 1 mL/min (±10 %) ausmacht. Messen Sie die Flussrate mit einem Messzylinderkolben. Für die Einstellung muss der Knopf nur leicht gedreht werden. Wenn zu weit gedreht wird (ungefähr eine halbe Drehung im Uhrzeigersinn), könnte ein zu hoher Gegendruck erzeugt werden.

HINWEIS

Im Lieferumfang des Flussteilers ist eine schwarze Restriktionskapillare mit einem ID von 0,10 mm enthalten. Diese Konfiguration ist besonders für Normalphasentrennung geeignet, bei denen Lösungsmittel mit einer niedrigen Viskosität eingesetzt werden. Für Umkehrphasentrennugnen, bei denen Lösungsmittel mit einer Viskosität von mehr als 0,5 cP eingesetzt werden, muss diese Kapillare durch die violette Restriktionskapillare mit einem ID von 0,15 mm ersetzt werden (Art.-Nr. 11059075).

5.6.3 Anschliessen des ELSD-Zerstäubers

6. Stoppen Sie das Pumpensystem.
7. Schliessen Sie den Teiler mit dem mitgelieferten Anschlussfitting (Art.-Nr. 044302, Position c in Abb. 5.12, Seite 26) am ELSD-Zerstäuber an.

5.7 Einschalten des Geräts

Bringen Sie den Ein-/Aus-Schalter in die Position «0», und stecken Sie den Netzstecker des Geräts in eine Steckdose. Schalten Sie die Einheit mit dem Ein-/Aus-Schalter ein. Auf der Anzeige werden für ein paar Sekunden die Versionsnummer und das Erstellungsdatum angegeben (die Versionsnummer sollte notiert werden, da sie möglicherweise für Service oder Fehlerbehebung benötigt wird). Anschliessend werden folgende Informationen angezeigt: Softwareoption (aktiviert oder nicht aktiviert), Signal (sollte 0 mV oder sehr nahe an diesem Wert sein), Temperatur (sollte der Umgebungstemperatur entsprechen), Druck (sollte null oder sehr nahe an diesem Wert sein) und Verstärkung. Vermeiden Sie an allen Anschlüssen Lecks, und prüfen Sie beim Einschalten der Pumpe, ob Undichtigkeiten auftreten. Installieren Sie die schwarze vordere Abdeckung. Befestigen Sie zunächst die rechte Seite, und drücken Sie dann gegen die linke Seite.

HINWEIS

Der Flüssigkeitspegel im Siphon muss stabil sein und sollte auf beiden Seiten gleich sein. Bei einem zu starken Vakuum wird Flüssigkeit in das Verdampfungsrohr gezogen, oder es bilden sich Luftblasen vom Abflussschlauch. In beiden Fällen führt dies zu schlechten Messresultaten.

5.8 Bedienfeld

Auf dem Bedienfeld (Abb. 5.13, Seite 27) befinden sich eine Digitalanzeige und eine Reihe von Tasten für die Eingabe von Daten.

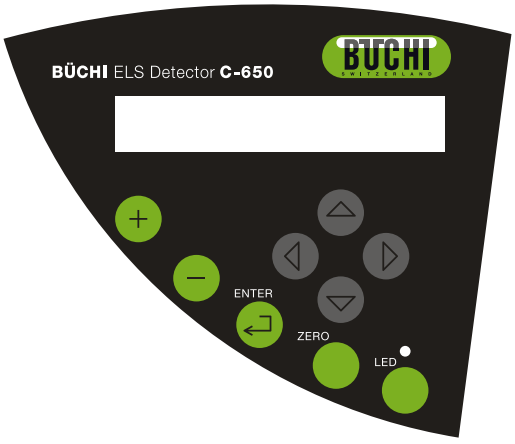


Abb. 5.13: Bedienfeld

5.8.1 Digitalanzeige

Die Digitalanzeige informiert über den aktuellen Status des Detektors und wird für die Eingabe einer Reihe von Parametern verwendet. Beim Einschalten des Detektors wird für ein paar Sekunden ein Begrüssungstext angezeigt, der Versionsnummer und -datum enthält.

Nachdem der Detektor die Initialisierungen abgeschlossen hat, erscheint die Statusanzeige (Abb. 5.14, Seite 28). Das Signal sollte nahe null sein.

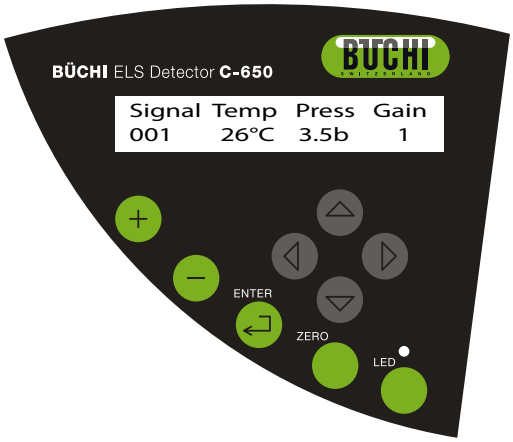
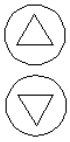


Abb. 5.14: Statusanzeige

Die Bedienoberfläche wird über eine Reihe von Anzeigen bereitgestellt, die in Abschnitt 5.8.2 beschrieben werden. Einige Anzeigen informieren über den Gerätestatus und können nicht vom Benutzer bearbeitet werden (z. B. die Statusanzeige). Andere Anzeigen (z. B. die Anzeige für Temperatur/Verstärkung, Abb. 5.16) werden zur Eingabe der gewünschten Sollwerte verwendet.

Die Tasten auf dem Bedienfeld werden für die folgenden Funktionen verwendet:

	Zum Erhöhen des aktuellen Werts für einen vom Benutzer einstellbaren Parameter (z. B. Offset) um 1 Einheit. Wenn Sie die Taste gedrückt halten, erhöht sich die Änderungsrate des Parameters.
	Zum Verringern des aktuellen Werts für einen vom Benutzer einstellbaren Parameter (z. B. Offset) um 1 Einheit. Wenn Sie die Taste gedrückt halten, erhöht sich die Änderungsrate des Parameters.
	Validiert den Wert des von Ihnen bearbeiteten Parameters.
ZERO	Stellt das aktuelle Signal für den Detektor auf null ein.
LED	Wird zum Einschalten der LED im Detektor verwendet. Wenn die LED leuchtet, leuchtet die Tastatur-LED unmittelbar über der Taste.
	Wechselt von der aktiven Zeile der Anzeige zur nächsten (vorhergehenden) Zeile oder zur nächsten (vorhergehenden) Anzeige.
	Bewegt den Cursor der Anzeige in das nächste (vorhergehende) Feld.

5.8.2 Bedienoberfläche

Die Statusanzeige (Abb. 5.14) ist die Standardanzeige und erscheint nach der Initialisierung des Detektors. Ausserdem wird sie automatisch wieder angezeigt, wenn Sie eine andere Anzeige aufgerufen und einige Sekunden lang keine Tasten gedrückt haben.

Jede Parameteränderung muss mit OK validiert werden; anderenfalls wird die Änderung nicht übernommen.

Statusanzeige

In der Statusanzeige (Abb. 5.14) wird der aktuelle Zustand des Detektors angegeben. Diese Anzeige kann nicht bearbeitet werden, aber der gewünschte Offset kann über die Anzeige für den Offset (Abb. 5.15) eingestellt werden, Temperatur und Verstärkung können über die Anzeige für Temperatur/Verstärkung (Abb. 5.16) eingestellt werden, und die Druckeinheiten können über die

Anzeige für Rauschfilter/Druckeinheit (Abb. 5.18) ausgewählt werden.

Der Wert für die Temperatur blinkt, wenn die gewünschte Temperatur nicht erreicht oder instabil ist. Der Wert für den Druck blinkt, wenn der Gasdruck unter 2,0 bar liegt.

Durch Drücken der Taste ▽ wird die Anzeige für den Offset (Abb. 5.15) zur Auswahl des gewünschten Offsets aufgerufen.

Anzeige für den Offset

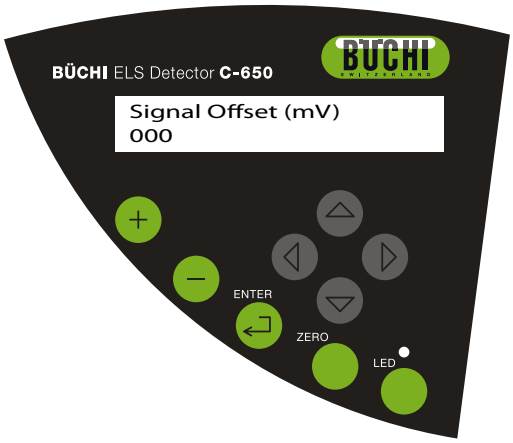


Abb. 5.15: Offset

Um den Offset-Wert zu erhöhen, drücken Sie die Taste ⊕. Wenn Sie die Taste kurz drücken, wird der Offset um 1 erhöht; wenn Sie die Taste gedrückt halten, wird der Wert um 20 mV/s erhöht. Nachdem Sie den gewünschten Offset eingestellt haben, drücken Sie die Taste ↵, um den neuen Wert zu validieren.

Wenn für das Gerät die Autozero-Funktion eingesetzt wird, wird dadurch der Offset-Wert aktualisiert und das Signal auf 0 mV eingestellt. Drücken Sie die Taste ▽, um die Anzeige für Temperatur/Verstärkung (Abb. 5.16) aufzurufen.

Anzeige für Temperatur/Verstärkung

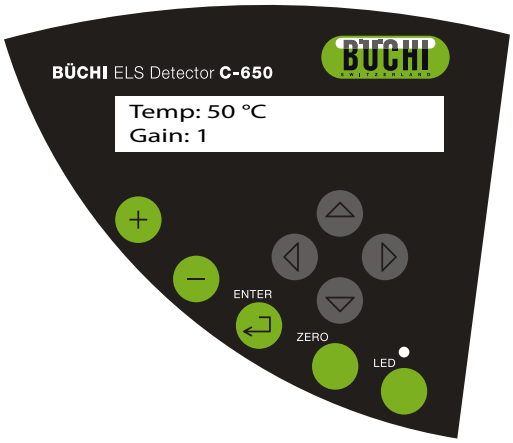


Abb. 5.16: Anzeige für Temperatur/Verstärkung

Mit der Anzeige für Temperatur/Verstärkung werden die gewünschte Temperatur und die gewünschte Verstärkung eingestellt. Beim Aufrufen der Anzeige befindet sich der Cursor in der Einstellung für die Temperatur. Diese Einstellung kann mit den Tasten ⊕ und ⊖ geändert und mit der Taste ↵ validiert werden. Der Temperaturbereich liegt zwischen 20 und 100 °C.

Beim Einschalten des Detektors oder Ändern der Temperatur kann die Temperatur zunächst leicht über den Sollwert hinausgehen und stabilisiert sich dann auf dem gewünschten Wert. Diese anfängliche Überschreitung wird durch die Regelung des Geräts verursacht und ist normal.

HINWEIS

Um eine ordnungsgemässe Temperatursteuerung aufrechtzuerhalten, sollte die Temperatur für den Fall, dass die niedrigste Temperatur benötigt wird, auf einen Wert eingestellt werden, der mindestens 5 °C über der Raumtemperatur liegt. Die Zeit für die Stabilisierung der Temperatur beträgt in der Regel 30 Minuten. Bitte beachten Sie, dass die Stabilisierung für eine Temperatur nahe an der Raumtemperatur länger dauern kann.

Wenn Sie die Taste ▽ drücken, kann das Feld für die Verstärkung bearbeitet werden. Der Verstärkungsbereich liegt zwischen 1 und 12. Mit jeder Erhöhung um eine Einheit wird die Verstärkung um den Faktor 2 erhöht (wenn Sie die Verstärkung z. B. von 1 in 4 ändern, wird die Verstärkung um den Faktor 8 erhöht). Der Gesamtbereich für die Verstärkung liegt zwischen 1 und 2048. Nachdem Sie die Einstellung für die gewünschte Verstärkung validiert haben, drücken Sie noch einmal die Taste ▽, um die Anzeige für den Autozero-Offset aufzurufen Abb. 5.17).

Anzeige für den Autozero-Offset

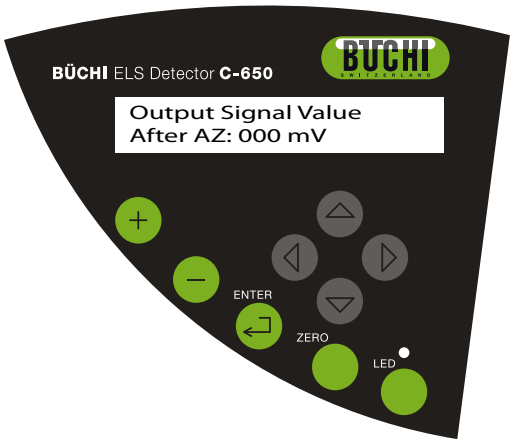


Abb. 5.17: Anzeige für den Autozero-Offset

In dieser Anzeige wird zugelassen, dass das Signal bei Ausführung der Autozero-Funktion (über Tastatur oder externe Kontaktgabe) den gewünschten Wert erreicht.

Diese Funktion kann hilfreich sein, wenn der Benutzer statt null einen positiven Signalwert wünscht, insbesondere bei einigen Erfassungssystemen, die nur positive Signale erfassen können. Diese Einstellung kann mit den Tasten ⊕ und ⊖ geändert und mit der Taste ↵ validiert werden.

Nachdem Sie den gewünschten Autozero-Offset eingestellt haben, drücken Sie die Taste ▽, um die Anzeige für Rauschfilter/Druckeinheit (Abb. 5.18) aufzurufen.

Anzeige für Rauschfilter/Druckeinheit

Abb. 5.18: Anzeige für Rauschfilter/Druckeinheit

In der Anzeige für Rauschfilter/Druckeinheit wird angegeben, ob die Signaldaten digital gefiltert werden sollen (verbessert das Signal-Rausch-Verhältnis), und welche Einheiten für die Druckanzeige verwendet werden sollen.

Beim Aufrufen der Anzeige befindet sich der Cursor im Feld für den Filter. Durch Drücken der Taste ⊕ oder ⊖ können Sie die Filterstärke innerhalb des folgenden Bereichs ändern:

«NO»: keine Filterung.

0,5 s: Mittelwertfilterung mit 0,5 Sekunden.

1 s bis 10 s: >Mittelwertfilterung mit 1 bis 10 Sekunden.

HINWEIS

Um bessere Ergebnisse zu erzielen, sollte der digitale Filter verwendet werden, sofern relevante Peaks nicht sehr schlecht aufgelöst werden (z. B. wenn Rs <1,5).

Der Standardwert ist 1 Sekunde; er entspricht einer Peakbreite von ca. 2 Sekunden bei halber Höhe. Einzelheiten zur Optimierung des Filters finden Sie in Abschnitt 6.4.5.

Wenn Sie den Wert geändert haben, drücken Sie ↵, um ihn zu validieren, bevor Sie die Taste ▽ drücken, um in die Zeile für die Druckeinheit zu wechseln. In der Zeile für die Druckeinheit können Sie kPa, bar oder psi als Einheit für den Druck auswählen. Die gewünschte Option wird mit der Taste ⊕ oder ⊖ ausgewählt und mit der Taste ↵ validiert. Wenn Sie die Taste ▽ drücken, wird die Anzeige für die LED (Abb. 5.19) aufgerufen.

Anzeige für die LED

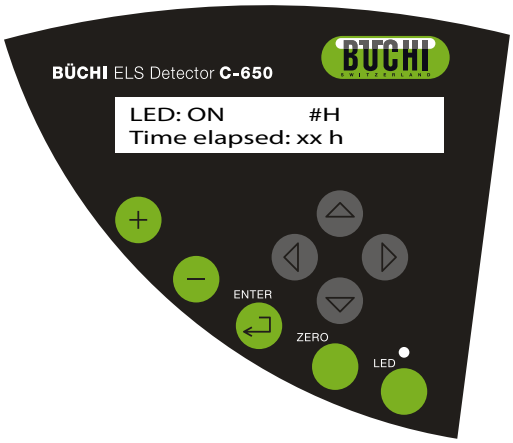


Abb. 5.19: Anzeige für die LED

In der Anzeige für die LED wird die Lichtquelle ein- oder ausgeschaltet. Sie entspricht der Taste für die Lichtquelle auf dem Bedienfeld. Drücken Sie nacheinander die Tasten ⊕ und ↵, um die LED einzuschalten, und nacheinander die Tasten ⊖ und ↵, um sie auszuschalten.

Das Feld für die Anzahl der Stunden gibt die Betriebsstunden der LED an. Die Lebensdauer der LED beträgt ca. 5000 Stunden. Wenn das Ende dieses Zeitraums erreicht wurde, wird beim Einschalten der Einheit in einer Meldung angegeben, dass die maximale Nutzungsdauer der Lampe überschritten wurde, und die orange LED auf der Tastatur blinkt.

HINWEIS
Wenn Sie die Taste ▽ drücken, wird die Anzeige für das Gasventil (Abb. 5.20) aufgerufen.

Anzeige für das Gasventil

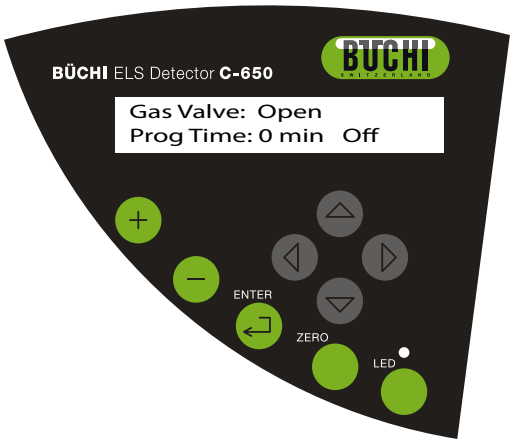


Abb. 5.20: Anzeige für das Gasventil

In der Anzeige für das Gasventil wird das Gasventil geöffnet/geschlossen und ein Programm eingerichtet, mit dem das Gasventil nach einem vom Benutzer ausgewählten Zeitraum geschlossen wird. Um diese Funktion zu verwenden, bewegen Sie den Cursor in das Feld für die Zeit, geben Sie die ungefähre Zeit an, bewegen Sie den Cursor zu «Off», wählen Sie mit der Taste ⊕ oder ⊖ die Einstellung «On», und drücken Sie ↵. Wenn Sie die Taste ▽ drücken, wird die Anzeige für den Ausschaltmodus (Abb. 5.21) aufgerufen.

Anzeige für den Ausschaltmodus

In der Anzeige für den Ausschaltmodus (Abb. 5.21) wird angegeben, welche Funktionen bei Empfang eines Ausschaltsignals von einer externen Quelle oder vom Menü ausser Betrieb genommen werden sollen.

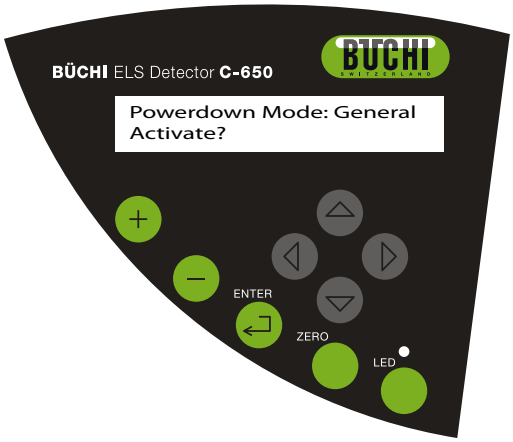


Abb. 5.21: Anzeige für den Ausschaltmodus

Die drei Optionen für die externe Ausserbetriebnahme werden in der folgenden Tabelle zusammengefasst.

Modus	Photomultiplier	Lampe	Heizung	Gasdurch-fluss
General	Aus	Aus	Aus	Aus
Standby	Aus	Aus	Ein	Aus
Cleaning	Aus	Aus	Ein	Ein

Drücken Sie die Taste ⊕ oder ⊖, um den gewünschten Ausschaltmodus auszuwählen, und drücken Sie dann ↵, um die Auswahl zu validieren.

HINWEIS

Es dauert ein paar Minuten, den Betriebsstatus vom Ausschaltmodus «General» zu erhalten, da sich die Temperatur stabilisieren muss.

Nachdem der Ausschaltmodus ausgewählt und validiert wurde, gibt es zwei Möglichkeiten zum Ausschalten des Detektors:

Kontaktgabe für das Ausschalten über das Kabel für externe Ereignisse: Der Detektor bleibt im ausgewählten Ausschaltmodus, während der Kontakt geschlossen bleibt. Er wechselt wieder in den Normalmodus, wenn der Kontakt geöffnet wird.

Anzeige für den Ausschaltmodus: Drücken Sie die Taste ▽, um die Anzeige für den Ausschaltmodus aufzurufen. Drücken Sie dann erneut die Taste ▽, um den Cursor in die Zeile für die Aktivierung des Ausschaltens zu platzieren. Validieren Sie mit ↵, damit der Detektor in den Ausschaltmodus wechselt.

HINWEIS

Um den Ausschaltmodus zu verlassen, öffnen Sie den Kontakt, wenn das Ausschalten durch ein externes Ereignis aktiviert wurde, oder drücken Sie eine Taste, wenn das Ausschalten über die Anzeige für den Ausschaltmodus aktiviert wurde.

Wenn sich der Cursor in der Zeile für die Aktivierung des Ausschaltens befindet, wird durch Drücken der Taste ▽ die Anzeige für die gesamte abgelaufene Lebensdauer aufgerufen (Abb. 5.22).

Anzeige für die gesamte abgelaufene Lebensdauer

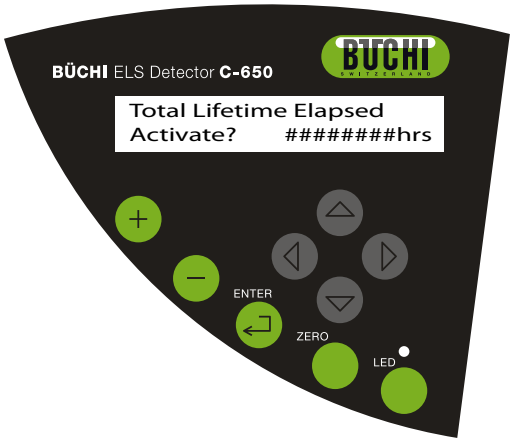


Abb. 5.22: Anzeige für die gesamte abgelaufene Lebensdauer

Die Anzeige für die gesamte abgelaufene Lebensdauer gibt die Nutzung des Detektors an und kann nicht vom Benutzer bearbeitet werden. Wenn Sie die Taste ▽ drücken, wird die Anzeige für die Seriennummer (Abb. 5.23) aufgerufen.

Anzeige für die Seriennummer

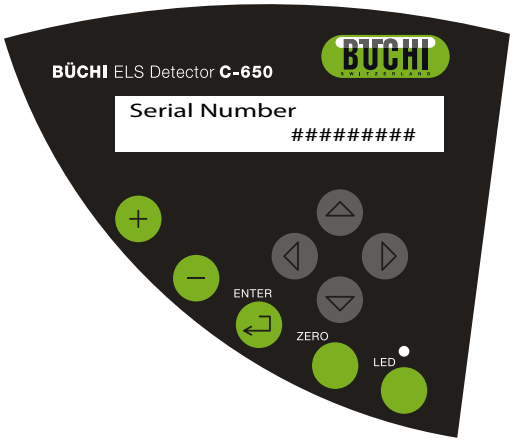


Abb. 5.23: Anzeige für die Seriennummer

Die Anzeige für die Seriennummer kann nicht vom Benutzer bearbeitet werden. Das letzte Zeichen gibt die Hardware-Revision des Detektors an. Wenn Sie die Taste ▽ drücken, wird die Anzeige für die Firmware (Abb. 5.24) aufgerufen.

Anzeige für die Firmware

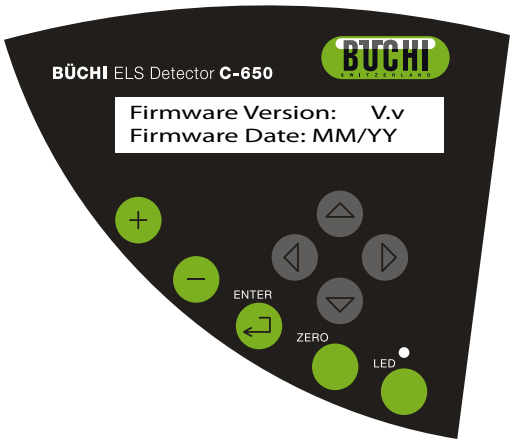


Abb. 5.24: Anzeige für die Firmware

In dieser Anzeige werden Firmware-Version und -Datum angegeben, wobei MM für den Monat und YY für das Jahr steht. Die Anzeige für die Firmware kann nicht vom Benutzer bearbeitet werden.

Wenn Sie die Taste ▽ drücken, wird die Anzeige für den Werksmenücode (Abb. 5.25) aufgerufen.

Anzeige für den Werksmenücode

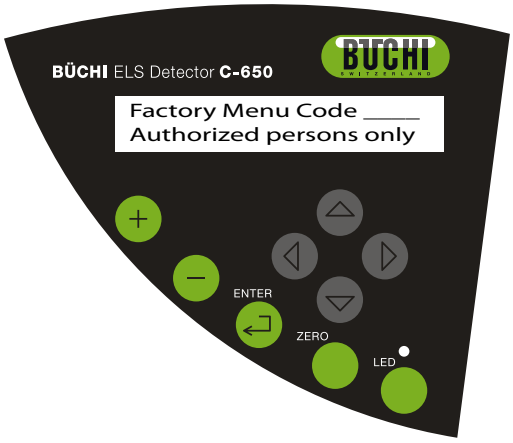


Abb. 5.25: Anzeige für den Werksmenücode

Die Anzeige für den Werksmenücode wird von Servicetechnikern für den Zugriff auf eine Reihe von Servicefunktionen genutzt und ist nicht für den Einsatz durch Benutzer vorgesehen.

5.9 Verfahren für erste Prüfungen

5.9.1 Vorbereitende Aktivitäten

Dieser Abschnitt enthält ein Protokoll, mit dem sichergestellt werden kann, dass der Detektor ordnungsgemäss funktioniert.

Bei der Einrichtung des Geräts sollten die im Folgenden angegebenen Verfahren durchgeführt werden, um die spezifischen Merkmale Ihrer Einheit zu bestimmen. Es wird empfohlen, die Resultate an einem festen Ort zu speichern, da sie für die Fehlerbehebung sehr hilfreich sein können.

Vor Beginn der Prüfungen für ein neues Gerät oder nach der Lagerung: Spülen Sie den Detektor bei einem Durchfluss von 1 ml/min für mindestens 15 Minuten mit Wasser.

Die folgenden Aktivitäten sollten durchgeführt werden:

Schalten Sie das Gerät ein. Der gelieferte Detektor ist werkseitig auf eine Verstärkung von 1 und einen Offset von 0 mV eingestellt. Die Anzeige für das Signal sollte 000 (oder ein sehr niedriges Signal) angeben.

Rufen Sie die Anzeige für Temperatur/Verstärkung auf, stellen Sie die Temperatur auf 50 °C ein und drücken Sie ↵. Rufen Sie die Statusanzeige auf und vergewissern Sie sich, dass die Temperatur auf den Sollwert in der Statusanzeige steigt. Die Temperaturregelung ist stabil, wenn der Wert für die Temperatur nicht mehr blinkt.

Beim Einschalten des Detektors oder Ändern der Temperatur kann die Temperatur zunächst leicht über den Sollwert hinausgehen und stabilisiert sich dann auf dem gewünschten Wert. Diese anfängliche Überschreitung wird durch die Regelung des Geräts verursacht und sollte kein Anlass zur Sorge sein.

Beaufschlagen Sie den Detektor mit Gas, und stellen Sie den Druck auf 2 bar (29 psi) ein. Wenn der Druck weniger als 1,5 bar (21 psi) beträgt, blinkt der Wert für den Druck und gibt damit an, dass der Detektor nicht bereit ist.

Stellen Sie sicher, dass der Druck des Gases, das dem Detektor zugeführt wird, weniger als 4,5 bar (67 psi) beträgt. Wenn der Druck auf mehr als 4,5 bar (67 psi) ansteigt, kann der Drucksensor beschädigt werden. Diese Beschädigung fällt nicht unter die Garantie.

Wenn Sie über ein externes Gasmessgerät verfügen, stellen Sie sicher, dass der externe Messwert und der Messwert in der Statusanzeige übereinstimmen.

Drücken Sie die Taste «ZERO». Das Signal sollte nahe null sein und konstant bleiben.

Stellen Sie den Rauschfilter auf 1 s ein (vgl. Abb. 5.18).

5.9.2 Prüfen auf Stromrauschen

So bestimmen Sie das Stromrauschen:

Schalten Sie nicht die Lichtquelle ein. Schalten Sie nicht die Pumpe ein (kein Lösungsmitteldurchfluss).

Stellen Sie sicher, dass der Siphon gefüllt ist und der Zerstäubereingangsanschluss mit ParafilmTM blockiert ist, um einen Venturi-Effekt zu vermeiden.

Stellen Sie den Gasdruck auf 2 bar (29 psi) und die Temperatur auf 50 °C ein. Warten Sie, bis sich die Temperatur stabilisiert.

Stellen Sie die Verstärkung auf 12 ein, und überwachen Sie das Signal für 5 Minuten. Die Signalschwankung sollte unter +/-2 mV liegen (es können einige Ausschläge im Signal auftreten).

Zeichnen Sie den Ausschläge auf, und führen Sie erneut die Autozero-Funktion für den Detektor aus.

5.9.3 Prüfen auf Hintergrundrauschen (Falschlicht)

So bestimmen Sie das Hintergrundrauschen:

Schalten Sie die Pumpe nicht ein (kein Lösungsmitteldurchfluss).

Stellen Sie sicher, dass der Siphon gefüllt ist und der Zerstäubereingangsanschluss mit Parafilm™ blockiert ist, um einen Venturi-Effekt zu vermeiden.

Stellen Sie den Gasdruck auf 2 bar (29 psi) und die Temperatur auf 50 °C ein.

Schalten Sie die Lichtquelle ein.

Ändern Sie die Verstärkung in 1.

Stellen Sie den Offset auf 0 mV ein.

Stellen Sie den Offset nach Autozero auf 0 mV ein (vgl. Abb. 5.17).

Führen Sie die Autozero-Funktion für den Detektor aus.

Ändern Sie die Verstärkung in 12.

Warten Sie 15 Minuten auf die Stabilisierung, und zeichnen Sie den Signalpegel auf. Der erwartete Pegel liegt in der Regel zwischen 100 und 150 mV. Der genaue Wert variiert leicht, und geringe Abweichungen sollten kein Grund zur Sorge sein.

5.9.4 Prüfen auf Lösungsmittelrauschen

So bestimmen Sie das Lösungsmittelrauschen:

Stellen Sie sicher, dass das Gas mit 2 bar (29 psi) strömt, die Temperatur auf 50 °C eingestellt und stabil ist und die Pumpe abgeschaltet ist.

Schalten Sie die Lichtquelle ein, stellen Sie Verstärkung auf 12 ein, und überwachen Sie das Signal. Führen Sie nicht die Autozero-Funktion für den Detektor aus. Das Signal kann negativ sein.

Umgehen Sie die Säule, schliessen Sie den Detektor an das Beschickungssystem mit mobiler Phase an, und pumpen Sie das für die Analyse vorgesehene Lösungsmittel mit einer Flussrate von 1 mL/min hindurch.

Überwachen Sie die Basislinie für ein paar Minuten.

Wenn Wasser als Lösungsmittel eingesetzt wird, sollte das Signal unter 10 mV liegen. Höhere Werte könnten beobachtet werden, wenn Wasser ohne HPLC-Reinheitsgrad (mit einem höheren Anteil an nichtflüchtigen Rückständen) verwendet wird.

Wenn ein organisches Lösungsmittel eingesetzt wird, sollte das Signal unter 200 mV liegen.

Für Mischungen aus wässrigen/organischen Lösungsmitteln, ist das erwartete Signal ungefähr linear in Bezug auf die Aufkonzentration der organischen Phase im Lösungsmittel (eine Mischung aus Wasser/organischem Lösungsmittel (50:50) sollte z. B. ein Signal von etwas unter 100 mV liefern).

HINWEIS

Der Reinheitsgrad des Lösungsmittels ist für ein niedriges Hintergrundrauschen von entscheidender Bedeutung. Die Empfindlichkeit ist umgekehrt proportional zum Lösungsmittelrauschen.

In den meisten Fällen sind destilliertes Wasser und Lösungsmittel mit HPLC-Reinheitsgrad zufriedenstellend. Wenn Sie Lösungsmittel aus verschiedenen Quellen vergleichen, ist der Rückstand nach dem Verdampfen der wichtigste Parameter; dieser Parameter sollte weniger als 1 ppm betragen, um für eine maximale Empfindlichkeit des Detektors zu sorgen.

Wenn das Gerät die Prüfung auf Lösungsmittelrauschen nicht besteht, ist das höchstwahrscheinlich auf einen Fremdstoff im Lösungsmittel und nicht auf einen Gerätefehler zurückzuführen. Wenn das Problem nicht durch einen Wechsel des Lösungsmittels behoben wird, kann es notwendig sein, das Gerät wie in Abschnitt 8.7.2 beschrieben zu dekontaminieren oder den Zerstäuber wie in Abschnitt 8.5 beschrieben zu reinigen.

Vergewissern Sie sich beim Filtern des Lösungsmittels, dass es keine Verschmutzung aus dem Filter extrahiert.

Die mobile Phase sollte keine nichtflüchtigen Verschnittmittel enthalten. Flüchtige Verschnittmittel (z. B. CHOOH, CH_3COOH, CF_3COOH, NH_4-Formiat, NH_4, Acetat, $(C_2H_5)_3N$) können eingesetzt werden, können aber bei Einstellungen mit einer hohen Verstärkung den Rauschpegel erhöhen. Darüber hinaus sollte das Lösungsmittel keine Konservierungsmittel enthalten (beispielsweise kann Tetrahydrofuran BHT als Stabilisator enthalten).

5.9.5 Prüfen auf Säulenrauschen

HINWEIS

Wenn stark retardierende Verbindungen langsam von der Säule eluiert werden, wird übermässiges Rauschen beobachtet.

So bestimmen Sie das Säulenrauschen:

Schalten Sie die Pumpe aus, und schliessen Sie die Säule an.

Schalten Sie die Pumpe wieder ein, und lassen Sie die mobile Phase durch das System fliessen. Sie sollten die Säule ein paar Minuten mit einem starken Lösungsmittel spülen, bevor Sie sie an den Detektor anschliessen.

Stellen Sie die Verstärkung auf 12 ein, und überwachen Sie die Basislinie für ein paar Minuten. Eine geeignete Säule liefert eine Basislinie, die 20–50 mV über der Basislinie des Lösungsmittels liegt.

HINWEIS

Wenn die mobile Phase saure Modifier (z. B. CF_3COOH) enthält, trennen Sie den Detektor, und waschen Sie das Chromatographiesystem 12 Stunden, bevor Sie mit der Analyse unbekannter Proben beginnen. Dieser Waschvorgang sollte nach Abschluss der Prüfung auf Säulenrauschen erfolgen, muss aber nach jeder Analyse durchgeführt werden.

6 Bedienung

In diesem Kapitel werden die Bedienungsschritte beschrieben, die Sie routinemässig durchführen sollten, wenn chromatographische Daten mit dem C-650 sammeln möchten. Ausserdem enthält es Beispiele für typische Geräteapplikationen und Anweisungen für die ordnungsgemässe und sichere Bedienung des Geräts.

6.1 Vorbereiten des Geräts für die Bedienung

⚠ VORSICHT

Brandgefahr durch brennbare Flüssigkeiten!

- Prüfen Sie vor dem Starten des Geräts, ob alle Schläuche richtig angeschlossen sind.
- Stellen Sie sicher, dass sich alle Schläuche in einem guten Zustand befinden (keine Risse oder Schnitte).

So bereiten Sie den Detektor für die Bedienung vor:

- Schalten Sie den Detektor durch Drücken des Schalters auf der Rückseite ein.
- Öffnen Sie das Gasverteilerventil, und stellen Sie den Druck auf 2 bar (29 psi) ein. Der Druck wird in der Statusanzeige angegeben.
- Stellen Sie sicher, dass das Überlaufsiphon für die Verneblerkammer ausreichend Flüssigkeit enthält. Pumpen Sie gegebenenfalls einige mL Lösungsmittel durch das Gerät, um der Siphon zu füllen.
- Wählen Sie die gewünschte Temperatur. Die Temperatur wird in der Anzeige für Temperatur/Verstärkung eingestellt. Diese Anzeige rufen Sie von der Statusanzeige aus durch zweimaliges Drücken der Taste ▽ auf.
- Starten Sie den Fluss der mobilen Phase durch das Gerät, und lassen Sie das gesamte System für mindestens 15 Minuten in Betrieb, um sicherzustellen, dass alle Komponenten abgeglichen sind und eine stabile Basislinie erzielt wird.
- Schalten Sie die LED-Lichtquelle des Detektors ein, und drücken Sie dazu die Taste LED auf dem Bedienfeld.

HINWEIS

Führen Sie die Prüfung auf Lösungsmittelrauschen (Abschnitt 5.9.4) und die Prüfung auf Säulenrauschen (Abschnitt 5.9.5) aus, um sich zu vergewissern, dass der Detektor ordnungsgemäss funktioniert.

HINWEIS

Der Flüssigkeitspegel im Siphon muss stabil sein und sollte auf beiden Seiten gleich sein.

6.2 Ausführen der Funktion Autozero für den Detektor

6.2.1 Manuell

So führen Sie die Funktion Autozero für den Detektor aus:

- Stellen Sie die Verstärkung auf den gewünschten Wert ein. Die Verstärkung wird in der Anzeige für Temperatur/Verstärkung eingestellt. Diese Anzeige rufen Sie von der Anzeige für das Signal aus durch zweimaliges Drücken der Taste ▽ auf.
- Drücken Sie die Taste «ZERO». An diesem Punkt wird die Funktion Autozero für den Detektor ausgeführt.
- Wenn für das Signal ein Offset anzugeben ist, stellen Sie den Offset zu diesem Zeitpunkt ein. Die Anzeige für den Offset wird durch Drücken der Taste ▽ in der Statusanzeige aufgerufen.

HINWEIS

Der Offset muss ausgewählt werden, nachdem die Funktion Autozero für den Detektor ausgeführt wurde, da mit dem Autozero-Vorgang das Signal auf 0 eingestellt wird.

HINWEIS

Wenn Sie den für die Verstärkung ausgewählten Wert ändern, stellen Sie sicher, dass erneut die Funktion Autozero für den Detektor ausgeführt wird, bevor Sie eine Messung vornehmen.

6.2.2 Extern

Um die Funktion Autozero für den Detektor auszuführen, wird ein Signal für die Kontaktgabe oder ein TTL-Signal zum Schliessen der Kontakte eingesetzt. Die Signaldauer sollte mindestens 1 Sekunde betragen, mit einem Strom von maximal 20 mA bei 5 V.

Wenn ein TTL-Signal eingesetzt wird, stellen Sie sicher, dass die auf dem Kabel angegebene richtige Polarität verwendet wird.

6.3 Routinemässige Bedienung des Detektors

Im Allgemeinen entspricht die Bedienung eines Chromatographiesystems mit Verdampfungs-Lichtstreudetektion der Bedienung des Systems mit anderen Detektoren.

Während der Bedienung des Detektors sind die folgenden Punkte zu berücksichtigen:

⚠ VORSICHT

Gefahr leichter oder mittelschwerer Verletzungen durch heisse Säuredämpfe.

- System nicht mit fehlerhaften Teilen betreiben
- Gerät vor der Verwendung auf ordnungsgemässe Abdichtung prüfen
- Beim Prozess entstehende Dämpfe nicht einatmen
- Gerät in einem funktionsfähigen und eingeschalteten Abzug betreiben
- Gerät oder Teile des Geräts während der Bedienung nicht bewegen

⚠ HINWEIS

Gefahr der Beschädigung des Geräts durch austretende Flüssigkeiten.

- System nicht mit fehlerhaften Teilen betreiben
- Gerät vor der Verwendung auf ordnungsgemässe Abdichtung prüfen

- Stellen Sie sicher, dass das Gas kontinuierlich durch den Detektor strömt (d. h. ohne Querschnittsverengung). Wenn ein Vakuum eingesetzt wird, stellen Sie sicher, dass der Vakuumeffekt nicht zu einer Störung des Detektors führt (Abschnitt 5.4).
- Stellen Sie sicher, dass der Siphon zu jeder Zeit mit Flüssigkeit gefüllt ist. Die überschüssige Flüssigkeit aus dem Siphon sollte in einem geeigneten Behälter gesammelt werden.
- Stellen Sie sicher, dass alle Durchflussverbindungen ordnungsgemäss dicht sind. Schalten Sie die Pumpe bei Auftreten eines Lecks sofort ab, und entfernen Sie die Flüssigkeit.
- Lassen Sie den Gasdruck nie über 4,5 bar (67 psi) ansteigen.
- Vermeiden Sie die Verwendung von Lösungsmitteln oder Verbindungen, die zu einer Korrosion des Detektors führen könnten. Die mobile Phase hat Kontakt mit Glas und der PTFE-Verschlauchung, und das Verdampfungsrohr besteht aus Edelstahl.

6.4 Optimieren der Leistung

6.4.1 Auswählen der optimalen Temperatur

Bei der Auswahl der optimalen Temperatur für den Detektor sollten zwei Faktoren berücksichtigt werden:

- Durch eine Erhöhung der Temperatur wird die Verdampfung der mobilen Phase optimiert.
- Durch eine Senkung der Temperatur wird die Zersetzung thermisch labiler Verbindungen und die Verflüchtigung halbflüchtiger Verbindungen minimiert.

Es ist sehr sinnvoll, zu Beginn die Temperatur auf 60 °C einzustellen, wenn eine wässrige mobile Phase verwendet wird, und auf 40 °C bei Verwendung einer organischen mobilen Phase (diese Temperaturen werden für eine Flussrate von 1 mL/min empfohlen). Bei höheren Flussraten können höhere Temperaturen zur Minimierung des Rauschens erforderlich sein.

HINWEIS

Wenn die eingesetzte mobile Phase nicht leicht flüchtig ist, z. B. DMSO oder DMF, sollte die Temperatur erhöht werden, um einen ordnungsgemässen Verdampfungsprozess zu ermöglichen.

Die Temperatur kann während der Methodenoptimierung eingestellt werden.

Wenn Sie vermuten, dass die relevante Verbindung thermisch labil oder halbflüchtig ist, wäre es mit einer niedrigeren Temperatur möglich, die Empfindlichkeit durch eine Reduzierung der thermischen Zersetzung oder Verdampfung zu verbessern. Für eine bestimmte Flussrate und ein bestimmtes Lösungsmittel gibt es aber einen Punkt, an dem das Rauschen im Chromatogramm sehr stark ansteigt, da nicht die gesamte mobile Phase eingedampft wird.

Betrachten Sie als Beispiel die Analyse von Koffein mit Verdampfungstemperaturen von 30 °C und 60 °C (Abb. 6.26) [Bedingungen für die Trennung: Säule ODS KromasilTM (5 µm, 30× 2,1 mm), Probe von 4 µL (10 mg/L) Koffein]. Eluent: Wasser, 0,2 mL/min, Temperatur wie angegeben). Es wird deutlich, dass eine niedrige Temperatur für eine sehr viel höhere Empfindlichkeit für flüchtige und thermisch empfindliche Verbindungen sorgt.

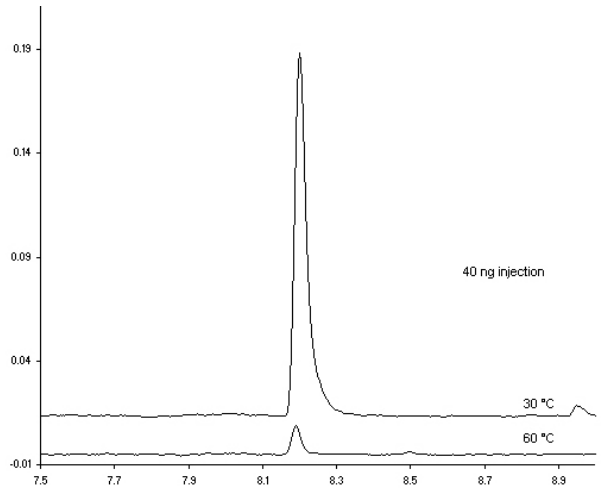


Abb. 6.26: Chromatogramm von Koffein bei verschiedenen Temperaturen

Die einsetzbare Mindesttemperatur hängt von der Flussrate, Raumteperatur und der Art der mobilen Phase ab.

6.4.2 Optimieren der mobilen Phase

Stoffteilchen in der mobilen Phase erhöhen das Hintergrundrauschen.

Der Reinheitsgrad des Lösungsmittels ist im Zusammenhang mit dem Rauschen von entscheidender Bedeutung. Vergewissern Sie sich beim Filtern des Lösungsmittels, dass es keine Verschmutzung aus dem Filter extrahiert.

Der Reinheitsgrad des Lösungsmittels ist für ein niedriges Hintergrundrauschen von entscheidender Bedeutung. Die Empfindlichkeit ist umgekehrt proportional zum Lösungsmittelrauschen.

In den meisten Fällen sind destilliertes Wasser und Lösungsmittel mit HPLC-Reinheitsgrad zufriedenstellend. Wenn Sie Lösungsmittel vergleichen, ist der Rückstand nach dem Verdampfen der wichtigste Parameter; dieser Parameter sollte weniger als 1 ppm betragen, um für eine maximale Empfindlichkeit des Detektors zu sorgen.

Betrachten Sie als Beispiel die Analyse einer Probe in einer mobilen Phase mit Reinwasser und in einer mobilen Phase mit verunreinigtem Wasser. Es wird deutlich, dass durch den Einsatz eines Lösungsmittels mit unzureichender Qualität das Signal-Rausch-Verhältnis (Empfindlichkeit) erheblich verschlechtert werden kann.

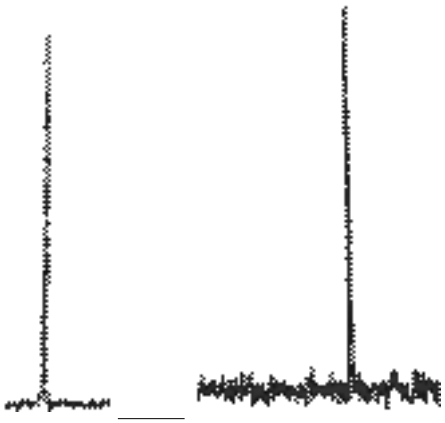


Abb. 6.27: Chromatogramm mit Lösungsmittel unterschiedlicher Qualität

Die mobile Phase sollte keine nichtflüchtigen Verschnittmittel enthalten. Flüchtige Verschnittmittel (z. B. CHOOH, CH_3COOH, CF_3COOH, NH_4-Formiat, NH_4, Acetat, $(C_2H_5)_3N$) können eingesetzt werden, können aber bei Einstellungen mit einer hohen Verstärkung den Rauschpegel erhöhen. Darüber hinaus sollte das Lösungsmittel keine Konservierungsmittel enthalten (beispielsweise kann Tetrahydrofuran BHT als Stabilisator enthalten).

Die flüssigkeitsberührten Teile des Detektors sind aus PTFE, Edelstahl und Glas hergestellt. Stellen Sie sicher, dass die Lösungsmittel nicht mit diesen Materialien reagieren.

HINWEIS

Abhängig von der Art der mobilen Phase und der Flussrate muss der empfohlene Gasdruck von 3,5 bar (51 psi) möglicherweise angepasst werden, um das Hintergrundrauschen und damit das Signal-Rausch-Verhältnis zu optimieren.

6.4.3 Probenvorbehandlung

Wenn die Probe Schwebeteilchen enthält, sollte sie vor der Einspritzung mit einem Filter von 0,2 µm oder 0,45 µm filtriert werden.

6.4.4 Säulenbehandlung

Die Chromatographiesäule enthält normalerweise Mikropartikel, die zur Trennung der relevanten Verbindungen eingesetzt werden. Unter bestimmten Bedingungen kann es bei der Füllung der Säule zu einem chemischen und/oder mechanischen Abbau kommen. Dadurch können Teilchen in den Detektor gelangen, wodurch das Rauschen verstärkt werden kann.

HINWEIS

Wenn stark retardierende Verbindungen langsam von der Säule eluiert werden, wird übermässiges Rauschen beobachtet.

Der Abbau der Säulenfüllung hängt von einer Reihe von Faktoren ab. Zu ihnen gehören die Partikelgrösse, der Typ der Säulenfüllung, der Hersteller der Säule und die Art der mobilen Phase (ein hoher pH-Wert kann auf Kieselgel basierende Säulen abbauen).

Wenn Sie eine neue Säule installieren, sollten Sie die mobile Phase für ein paar Minuten durch die Säule pumpen, bevor Sie sie an den Detektor anschliessen. Damit werden die Mikropartikel ausgespült, die nach der Herstellung in der Säule verblieben sind. Nach der Installation einer neuen Säule sollten Sie auch die Prüfung auf Säulenrauschen (Abschnitt 5.9.5) durchführen, um den Basisliniensignalwert zu erhalten, der dieser Säule entspricht.

6.4.5 Optimieren des Rauschfilters

Der digitale Filter (siehe Abb. 5.18) ermöglicht durch Filterung des Rauschens die Maximierung des Signal-Rausch-Verhältnisses. Die Filterstärke sollte gemäss der Peakform, insbesondere der Peakbreite optimiert werden.

In der folgenden Tabelle werden abhängig von der Peakbreite einige Filtereinstellungen vorgeschlagen:

Peakbreite bei 50 % (Sekunde)	Vorgeschlagener Filter (Sekunde)
< 1	0
2	1
4	2
6	4
8	6
> 10	8 und höher

Diese vorgeschlagenen Werte können abhängig von Ihrer spezifischen Chromatographie optimiert werden: durch Senkung des Filters, wenn Peaks schlecht aufgelöst sind (wenn z. B. Rs < 1,5) oder durch Erhöhung des Filters bei der Optimierung des Signal-Rausch-Verhältnisses.

Beispiel: Vergleich digitaler Filter mit der SOP-Prüfung (Einspritzung von 5 ppm Koffein bei Verstärkung 12). Peakbreite bei halber Höhe beträgt 2,5 Sekunden.

	Filter 0 s	Filter 1 s	Filter 2 s
Signalhöhe	124 mV	122 mV	110 mV
Rauschen (ASTM)	3,2 mV	1,1 mV	0,7 mV
Peakbreite (bei 50 % Höhe)	2,5 s	2,5 s	2,8 s
S/N	37	110	157

Das Signal-Rausch-Verhältnis wird mit 3 multipliziert, wenn für den Filter 1 Sekunde ohne Peakverbreiterungseffekt ausgewählt wird. Wenn das Signal-Rausch-Verhältnis wichtiger ist als die Auflösung, kann für den Filter ein Wert von 2 s oder höher eingestellt werden, um die Empfindlichkeit noch weiter zu verbessern.

6.5 Ausschalten und Ausserbetriebnahme des Detektors

Wenn gewünscht, können am Ende einer automatisierten Analysereihe einige oder alle Funktionen des Geräts ausgeschaltet werden. Diese Ausschaltfunktionen sind in Abb. 5.21 ausführlich beschrieben.

So nehmen Sie das Gerät ausser Betrieb:

- Schalten Sie die Pumpe aus.
- Lassen Sie das Zerstäubergas für einige Minuten (30 min werden empfohlen) durch den Detektor strömen, um das Verdampfungsrohr und die Detektionskammer zu entleeren.
- Schalten Sie den Detektor aus (wenn gewünscht).

Wenn Sie eine mobile Phase einsetzen, die Salze, Säuren oder Laugen enthält, pumpen Sie vor dem Abschalten des Detektors einige mL Wasser oder Methanol durch das System, um die Ablagerung von Substanzen und eine mögliche Korrosion des Geräts zu verhindern.

Wenn der ELSD als zweiter Detektor eingesetzt und für einige Zeit nicht verwendet wird, sollte er aus dem Durchflusspfad für die Flüssigkeitschromatographie entfernt werden, um eine Verstopfung des Zerstäubers oder die Ablagerung von Substanzen im Detektor zu vermeiden.

Durch Schliessen des Gasventils bei noch laufender Pumpe kann der Zerstäuber erheblich beschädigt werden.

7 Wartung

Dieses Kapitel enthält Anweisungen zu allen Wartungsarbeiten, die für die Gewährleistung der Funktionstüchtigkeit des Geräts erforderlich sind.

⚠ WARNUNG

Tod oder schwere Verbrennungen durch elektrische Spannung bei der Reinigung.

- Gerät ausschalten
- Netzkabel ausstecken und Gerät gegen versehentliches Wiedereinschalten absichern
- Mit der Wiederherstellung der Verbindung zum Stromnetz warten, bis das Gerät vollständig getrocknet ist

HINWEIS

Gefahr einer Beschädigung von Gehäuse und Gerät durch Flüssigkeiten und Reinigungsmittel.

- Keine Flüssigkeiten über das Gerät oder Teile davon schütten
- Auf das Gerät gelangte Flüssigkeiten sofort abwischen
- Zu Reinigungszwecken nur Ethanol oder Seifenwasser verwenden

Der ELSD C-650 Tieftemperatur-Verdampfungs-Lichtstreudetektor wurde für einen minimalen Wartungsaufwand konzipiert. Wenn die Aktivitäten für die vorbeugende Wartung befolgt werden, sollte der Detektor ohne Eingriff durch den Betreiber Messungen mit hoher Empfindlichkeit liefern.

Die folgenden allgemeinen Empfehlungen werden gegeben:

- Warten Sie den Detektor in einer sauberen Laborumgebung.
- Wenn das Gerät für einige Zeit nicht verwendet wird, spülen Sie mobile Phasen aus, die Säuren, Laugen oder Salze enthalten, um die Ablagerung von Fremdstoffen auf Komponenten oder die Korrosion des Geräts zu verhindern.
- Verwenden Sie nur sauberes Gas (frei von Partikeln und Ölrückständen).

Durch Schliessen des Gasventils bei noch laufender Pumpe kann der Zerstäuber erheblich beschädigt werden.

Wenn der ELSD als zweiter Detektor eingesetzt und für einige Zeit nicht verwendet wird, sollte er aus dem Durchflusspfad für die Flüssigkeitschromatographie entfernt werden, um eine Verstopfung des Zerstäubers oder die Ablagerung von Substanzen im Detektor zu vermeiden.

Für eine effiziente vorbeugende Wartung:

Nach jeder Sitzung und vor der Ausserbetriebnahme des Chromatographiesystems den ELSD reinigen, um eine gute Leistung sicherzustellen.

Vorbeugende Wartung umfasst die Reinigung des Detektors vor der Ausserbetriebnahme nach den letzten Analysen:

- Lassen Sie die mobile Phase oder das Lösungsmittel (Empfehlung: Ethanol) fliessen, um Partikel auszuspülen, die im Detektor zurückbleiben könnten.
- Erhöhen Sie schliesslich die Temperatur, um mögliche Ablagerungen zu lösen.
- Stoppen Sie den Durchfluss der mobilen Phase, aber lassen Sie das Gas mindestens 30 min zur Trocknung und zur Vermeidung von Partikelablagerungen strömen.
- Stoppen Sie den Gasdurchfluss.
- Nehmen Sie den Detektor ausser Betrieb.

Der Zeitaufwand für die einzelnen Schritte hängt von der Applikation, den Lösungsmitteln, der Art und der Aufkonzentration der Proben ab und sollte entsprechend bestimmt werden.

HINWEIS
Während der routinemässigen Bedienung ist kein Zugang zum Geräteinneren notwendig. Wenn mit den Vorschlägen in diesem Kapitel ein Problem nicht behoben werden kann, wenden Sie sich an Ihren lokalen Vertriebspartner.

Die als Lichtquelle verwendete LED hat eine lange, aber begrenzte Lebensdauer (~5000 Stunden) und sollte regelmässig durch einen erfahrenen Techniker ausgetauscht werden. Wenn das Ende dieses Zeitraums erreicht wurde, wird beim Einschalten der Einheit in einer Meldung angegeben, dass die maximale Nutzungsdauer der Lampe überschritten wurde, und die orange LED auf der Tastatur blinkt.

7.1 Kundendienst

Instandsetzungsarbeiten am Gerät dürfen nur durch autorisiertes Servicepersonal erfolgen. Das Servicepersonal ist technisch umfassend ausgebildet und kennt die potentiellen Gefahren, die vom Gerät ausgehen können.

Die Anschriften der offiziellen BÜCHI Kundendienststellen finden Sie auf der BÜCHI Website unter:

www.buchi.com. Treten an Ihrem Gerät Funktionsstörungen auf oder haben Sie technische Fragen bzw. Schwierigkeiten bei der Anwendung, dann wenden Sie sich bitte an eine dieser Stellen.

Der Kundendienst unterstützt Sie:

- bei der Lieferung von Ersatzteilen
- bei Reparaturen
- mit technischer Beratung

8 Fehlerbehebung

8.1 Allgemeine Informationen zur Fehlerbehebung

Der ELSD C-650 Tieftemperatur-Verdampfungs-Lichtstreudetektor wurde für die Einbindung in ein Flüssigkeitschromatographie-System konzipiert. Wichtig ist, dass die Empfindlichkeit des Detektors die Gesamtleistung des Systems widerspiegelt. Ein anhand der Ausgabe des Detektors festgestelltes «Problem» muss nicht unbedingt ein «Detektorproblem» sein. In nahezu allen Fällen gibt es nur eine einzige Ursache für ein Problem. Wenn der Benutzer z. B. eine Basislinie mit starkem Rauschen beobachtet, kann sich das Problem auf Folgendes zurückführen lassen:

- Die Pumpe (z. B. ein fehlerhaftes Klappenventil)
- Die mobile Phase (z. B. unsachgemässes Ausgasen oder hohe Rückstände nach dem Verdampfen)
- Die Säule (z. B. Elution stark retardierender Bestandteile)
- Der Zerstäuber (z. B. fehlende Wartung)
- Der Detektor (z. B. ein elektronisches Problem)

Es ist sehr unwahrscheinlich, dass zwei Probleme gleichzeitig auftreten. Die Aktivitäten im Rahmen der Fehlerbehebung dienen dazu, die Ursache des Problems zu ermitteln. Im Folgenden wird davon ausgegangen, dass der Betreiber bereits ermittelt hat, dass andere Komponenten des System ordnungsgemäss funktionieren.

Demontieren Sie nicht den Zerstäuber. Durch die Demontage des Zerstäubers wird dieser zerstört, und dadurch erlischt die Garantie.

HINWEIS

Das Bedienfeld und die Elektronik des Geräts enthalten keine austauschbaren Komponenten. Wenn mit den Vorschlägen in diesem Kapitel ein Problem nicht behoben werden kann, wenden Sie sich an Ihren lokalen Vertriebspartner.

Wenn die Digitalanzeige beim Einschalten des Detektors nicht leuchtet, schalten Sie die Einheit aus, und überprüfen Sie die Netzsicherungen. Sofern erforderlich, ersetzen Sie die Sicherungen durch Sicherungen mit der gleichen Bemessung wie die ursprünglichen Sicherungen für alle 115 V- und 230 V-Einheiten. Die Sicherungen befinden sich im Netzanschlussmodul auf der Rückseite (Abb. 5.7). Im Lieferumfang des Geräts ist ein Set mit Austauschsicherungen enthalten.

Wenn die Sicherungen nicht durchgebrannt sind oder wenn auch die Austauschsicherungen durchbrennen, wenden Sie sich an Ihren lokalen Vertriebspartner.

8.2 Erste Aktivitäten zur Fehlerbehebung

- Stellen Sie sicher, dass das Gerät und alle Komponenten des Detektors mit einer Bezugserde verbunden sind.
- Stellen Sie durch Überprüfung sicher, dass der Siphon einen ordnungsgemässen Flüssigkeitspegel aufweist und sich keine Flüssigkeit in der Nähe des Verdampfungsrohreingangs ansammelt.
- Prüfen Sie, ob der Gasdruck ausreicht und stabil ist. Der ausgewählte Druck für die meisten Applikationen beträgt 2 bar (29 psi). Ein Druck über 4,5 bar (67 psi) kann zur Beschädigung des Drucksensors führen. Der Gasfilter sollte sauber und angebracht sein. Nur Gas ohne Ölrückstände einsetzen.

8.3 Ausführen der Rauschprüfung

Wiederholen Sie die in Abschnitt 5.9 beschriebenen Prüfungen und vergleichen Sie die ermittelten Daten mit den Resultaten bei der Erstinstallation der Einheit. Diese Prüfungen können für die Eingrenzung des Problems sehr hilfreich sein.

Wenn z. B. die Prüfung auf Stromrauschen (Abschnitt 5.9.2), die Prüfung auf Hintergrundrauschen (Abschnitt 5.9.3) und die Prüfung auf Lösungsmittelrauschen (Abschnitt 5.9.4) Resultate liefern, die nahezu den Resultaten bei der Erstinstallation entsprechen, aber die Prüfung auf Säulenrauschen (Abschnitt 5.9.5) einen Wert liefert, der von dem bei der Installation erheblich abweicht, hängt das Problem wahrscheinlich mit der Säule zusammen (es werden z. B. stark retardierende Verbindungen eluiert).

8.4 Spezifische Fehlerbehebung für den Detektor

- Der Nebel vom Zerstäuber sollte homogen sein. Wenn er nicht homogen ist, ist möglicherweise der Zerstäuber, die Nadel oder der PTFE-Schlauch teilweise blockiert. Um die Blockierung zu entfernen, pumpen Sie ein Lösungsmittel ein, mit dem das Fremdmaterial gelöst werden kann. Der Zerstäuber kann auch in ein Ultraschallbad gelegt werden, um das Fremdmaterial zu lösen. Anweisungen zur Reinigung des Zerstäubers erhalten Sie in Abschnitt 8.5.

Demontieren Sie nicht den Zerstäuber. Durch die Demontage des Zerstäubers wird dieser zerstört, und dadurch erlischt die Garantie.

- Stellen Sie bei einer geringen Empfindlichkeit des Detektors sicher, dass das System keine Lecks aufweist. Stellen Sie sicher, dass Sie eine frische Probe verwenden und ziehen Sie in Betracht, die Prüfung mit einer Rückdruckschleife statt einer Säule durchzuführen. Es besteht auch die Möglichkeit, dass die LED ausgetauscht werden muss oder der Zerstäuber blockiert ist.
- Wenn die Rauschprüfung nicht gezeigt hat, dass das Problem möglicherweise durch die Applikation oder das System verursacht wurde, wird eine geringere Empfindlichkeit häufig durch den Zerstäuber verursacht (Hauptursache). Reinigen Sie den Zerstäuber wie in Abschnitt 8.5 beschrieben. Wenn nicht wieder eine normale Empfindlichkeit erreicht wird, muss der Zerstäuber möglicherweise ausgetauscht werden. Bitte beachten Sie, dass die zugrunde liegende Ursache auch mit einem anderen Modul zusammenhängen kann, d. h., die eingespritzten Volumen sind möglicherweise zu gering, oder Totvolumen in verbindenden Röhrchen können zu einer Peakverbreiterung führen.
- Wenn das Detektorsignal gesättigt ist oder der dynamische Bereich des Systems zurückgeht, passieren möglicherweise Rückstände die Detektorzelle. Dies führt wegen einer starken Lichtstreuung zu einem intensiven Signal. Diese Rückstände können das Resultat der Elution von stark retardierenden Materialien aus der Säule sein oder aus dem Lösungsmittel stammen. Um die Ursache des Problems zu ermitteln, umgehen Sie die Säule, und beobachten Sie die Signalintensität:
  - Wenn das Signal zum Normalwert zurückkehrt, werden stark retardierende Materialien aus der Säule eluiert. Spülen Sie die Säule mit einem starken Lösungsmittel, um das gesamte Material zu eluieren.
  - Wenn das Signal nicht zum Normalwert zurückkehrt, enthält das Lösungsmittel nach dem Verdampfen einen zu hohen Anteil an Rückstandsmaterial und ist nicht für den Einsatz mit dem Detektor geeignet.
- Wenn das Rauschen des Detektors ohne Lösungsmittel hoch ist oder Ghostpeaks auftreten, befindet sich möglicherweise Fremdmaterial in der Driftröhre. Erhöhen Sie in dieser Situation die Temperatur auf 100 °C, und pumpen Sie Lösungsmittel mit 2 mL/min und einem Gasdruck von 2 bar (29 psi) ein.

8.5 Reinigungs- und Austauschverfahren für den Zerstäuber

Wenn der Nebel des Zerstäubers nicht homogen ist, ist möglicherweise der Zerstäuber, die Nadel oder der PTFE-Schlauch blockiert. Um die Blockierung zu entfernen, pumpen Sie ein Lösungsmittel (Empfehlung: Ethanol) ein, mit dem das Fremdmaterial gelöst werden kann. Der Zerstäuber kann auch in ein Ultraschallbad gelegt werden, um das Fremdmaterial zu lösen.

Gehen Sie vorsichtig mit dem Zerstäuber um, und demontieren Sie nicht das Rückteil des Zerstäubers, das durch die farbige thermische Abdichtung geschützt ist. Durch die unsachgemässe Handhabung des Zerstäubers wird dieser zerstört, und dadurch erlischt die Garantie.

Das Rückteil des Zerstäubers ist ab Werk montiert und darf aus keinem Grund demontiert werden. Wenn es vom Benutzer entfernt wurde, besteht die einzige Lösung darin, den Zerstäuber auszutauschen.

Wenn der Zerstäuber nicht durch Reinigung, durch Pumpen von Lösungsmittel durch den Zerstäuber oder unter Verwendung eines Ultraschallbads instandgesetzt werden kann, muss er ausgetauscht werden.

Wenn der Zerstäuber keinen Sprühnebel erzeugt und die Flüssigkeit selbst bei einem angezeigten Druck von 2 bar direkt in der Siphon gezogen wird, stellen Sie sicher, dass für den Zerstäuber die Verschraubung für den schwarzen Gasschlauch korrekt ausgerichtet ist (das weisse Einwegventil sich am unteren Ende [nahe am Gaseingang] der vorderen Abdeckung befindet). Der installierte Zerstäuber/Glasgefäss-Aufbau ist in Abb. 5.10 dargestellt.

So entfernen Sie den Zerstäuber vom Gerät:

- Schalten Sie die Pumpe und den ELSD-Detektor ab.
- Entfernen Sie die schwarze vordere Abdeckung. Ziehen Sie an der linken Seite.

- Trennen Sie den Zerstäuberflüssigkeitseingang von der Säule.
- Trennen Sie den Gaseingang vom Zerstäuber, und drücken Sie dazu auf den weissen Eingang (zu Details vgl. Abb. 5.10).

- Entfernen Sie den Zerstäuber aus der Glaszelle, und lösen Sie dazu die schwarze Kunststoffmutter mit der rechten Hand, während Sie die Zerstäuber mit der linken Hand halten. Achten Sie darauf, nicht am Röhrchen des Zerstäubers zu ziehen oder es zu drehen. Die schwarze Mutter, die den Zerstäuber an der Glaszelle hält, und ihre Dichtung sollten vom Zerstäuber entfernt werden.

- Entfernen Sie die Schnellverschraubung für den Gaseingang und die schwarze Kunststoffmutter, um eine Beschädigung der Dichtungen durch das Reinigungsmittel zu vermeiden.

Abb. 8.28: Entfernen von Teilen vom Zerstäuber

So reinigen Sie den Zerstäuber:

- Füllen Sie ein Ultraschallbad mit Wasser. Füllen Sie einen Becher (50 oder 100 mL) mit 2 cm eines geeigneten Lösungsmittels. Das Lösungsmittel hängt von der Art des Materials im Zerstäuber ab. In den meisten Fällen ist Ethanol ein zufriedenstellendes Lösungsmittel.
- Legen Sie den Zerstäuber vertikal in den Becher mit 2 cm Lösungsmittel. Der Zerstäuberausgang sollte auf dem Boden liegen, die Flüssigkeitsverschlauchung des Zerstäubereingangs nach oben weisen. Stellen Sie sicher, dass das Rückteil des Zerstäubers nicht mit dem Lösungsmittel in Kontakt kommt.

Abb. 8.29: Reinigung des Zerstäubers

- Reinigen Sie den Zerstäuber für ca. 30 Minuten mit dem Lösungsmittel, ersetzen Sie dann das Lösungsmittel durch Wasser, und reinigen Sie ihn für weitere 30 Minuten.

So bauen Sie den Zerstäuber wieder ein oder ersetzen ihn durch einen neuen Zerstäuber oder ein anderes Modell:

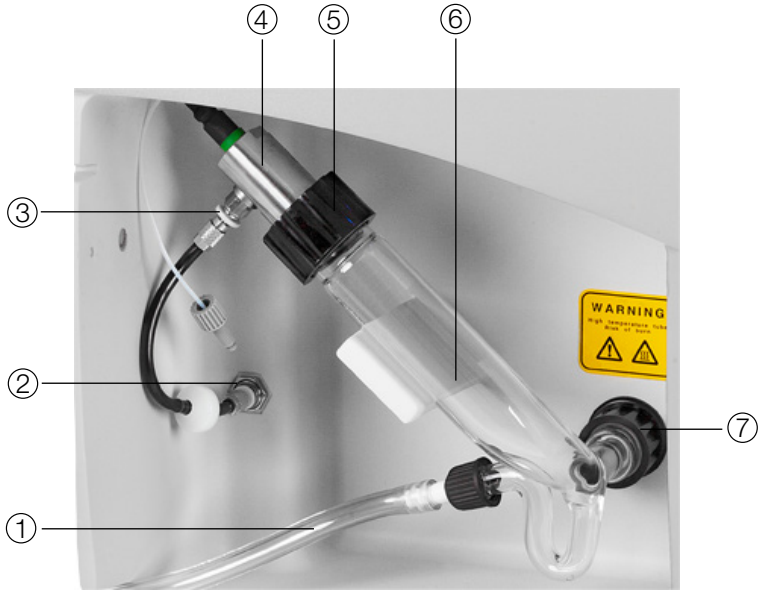
- Um den Zerstäuber nach seiner Reinigung wieder einzubauen, bringen Sie die Schnellverschraubung des Gaseingangs und die schwarze Kunststoffmutter mit ihrer Dichtung wieder an.
- Führen Sie die vorhergehenden Schritte (Entfernen des Zerstäubers) in umgekehrter Reihenfolge aus. Wenn die schwarze Gasverschlauchung entfernt wurde, stellen Sie sicher, dass Sie sie mit der richtigen Ausrichtung verwenden (das weisse Einwegventil am unteren Ende [nahe am Gaseingang]).
- Stellen Sie sicher, dass an keiner der Flüssigkeits- oder Gasverbindungen Lecks auftreten, und prüfen Sie die Möglichkeit von Undichtigkeiten, die die Leistung des Detektors beeinträchtigen oder beim Einschalten der Pumpe zur Verschmutzung des Labors führen könnten.
- Installieren Sie die schwarze vordere Abdeckung. Befestigen Sie zunächst die rechte Seite, und drücken Sie dann gegen die linke Seite.

- Prüfen Sie den Zerstäuber, um seine ordnungsgemässe Funktion zu gewährleisten.

HINWEIS

Wenn durch die Reinigung des Zerstäubers ein Problem nicht behoben werden kann, wenden Sie sich wegen des Austauschs des Zerstäubers an Ihren lokalen Vertriebspartner.

Wenn die schwarze Gasverschlauchung entfernt wurde, stellen Sie sicher, dass Sie sie mit der richtigen Ausrichtung verwenden (das weisse Einwegventil am unteren Ende [nahe am Gaseingang]). Vermeiden Sie an allen Anschlüssen Lecks, und führen Sie beim erneuten Einschalten eine Prüfung auf mögliche Undichtigkeiten durch.



① Siphon-Überlauf
② Gaseinwegventil
③ Gaseingangsverschraubung
④ Zerstäuber
⑤ Mutter
⑥ Glasgefäss
⑦ Mutter

Abb. 8.30: Installieren des Zerstäuber/Glasgefäss-Aufbaus

8.6 Probleme beim Gasdurchfluss

Setzen Sie sich bei Problemen mit dem Gasdurchfluss mit dem BÜCHI Kundendienst in Verbindung.

8.7 Reinigung und Dekontamination

8.7.1 Reinigung des Geräts

VORSICHT

Gefahr leichter Verbrennungen durch den heissen Detektor.
- Lassen Sie den Detektor vor der Reinigung 15 Minuten sicher abkühlen

- Schalten Sie das Gerät aus.
- Trennen Sie alle Anschlusskabel (Netzkabel, Signalkabel, Autozero-Kabel, RS-232-Kabel [sofern vorhanden], Gerätegaseingang und Zerstäuberverschlauchung).
- Reinigen Sie das Äussere des Detektors mit einem nichtkratzenden Tuch. Sofern erforderlich, kann eine Flüssigkeit wie Seifenwasser oder Ethanol zum Entfernen von Flecken oder Fremdmaterial verwendet werden.

8.7.2 Dekontamination des Geräts

- Stellen Sie die Verdampfungstemperatur auf 100 °C und den Gasdruck auf 2 bar (29 psi) ein.

Pumpen Sie ein geeignetes Lösungsmittel mit 1 mL/min durch das System. Das Lösungsmittel wird durch die Art der Proben bestimmt, die vorher mit dem Detektor analysiert wurden. Wenn Sie die Art der Probe nicht kennen, ist Ethanol eine gute Wahl. Verwenden Sie keine Lösungsmittel, die zur Korrosion des Geräts führen können. Behalten Sie den Durchfluss und die Temperatur für mindestens 3 Stunden bei.

- Reinigen Sie das Äussere des Detektors mit einem nichtkratzenden Tuch. Sofern erforderlich, kann eine Flüssigkeit wie Seifenwasser oder Ethanol zum Entfernen von Flecken oder Fremdmaterial verwendet werden.

8.8 Austauschen der Lichtquelle

Wenn die Lichtquelle ausgetauscht werden muss, setzen Sie sich mit dem BÜCHI Kundendienst in Verbindung.

9 Ausserbetriebnahme, Lagerung, Transport und Entsorgung

Dieses Kapitel enthält Anweisungen zur Ausserbetriebnahme, zur Verpackung für die Lagerung oder zum Transport des Geräts. Darüber hinaus beinhaltet es Angaben zu den Lager- und Versandbedingungen.

9.1 Vorbereitung des Geräts für Lagerung und Transport

Zur Vorbereitung des Geräts für Lagerung und Transport Netzkabel entfernen und alle Glasteile demontieren.

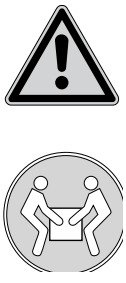
9.2 Lagerung und Transport

Gerät trocken lagern. Gerät in der Originalverpackung lagern und transportieren.

⚠ WARNUNG

Durch die Berührung mit gefährlichen Substanzen oder deren Aufnahme besteht Lebens- oder ernste Vergiftungsgefahr.

- Tragen Sie eine Schutzbrille
- Tragen Sie Schutzhandschuhe
- Tragen Sie einen Laborkittel
- Spülen Sie das Gerät und reinigen Sie alle Zubehörteile sorgfältig, um potentiell gefährliche Substanzen zu entfernen
- Staubige Teile nicht mit Druckluft reinigen
- Gerät und Zubehör in der Originalverpackung an einem trockenen Ort lagern



⚠ VORSICHT

Gefahr leichter oder mittelschwerer Verletzungen auf Grund des Gewichts des Geräts.

- Gerät nur zu zweit heben
- Gerät oder Transportbehälter nicht fallen lassen
- Gerät auf einer stabilen, ebenen und vibrationsfreien Oberfläche aufstellen
- Keine Körperteile in die Quetschzone bringen

10 Ersatzteile

In diesem Kapitel sind Ersatzteile, Zubehörteile und Optionen mit den entsprechenden Bestellinformationen aufgeführt.

Bestellen Sie Ersatzteile bei BÜCHI. Zu diesem Zweck immer Produktbezeichnung und Bestell-Nummer angeben.

Um die ordnungsgemässe und zuverlässige Funktion des Systems zu gewährleisten, dürfen nur BÜCHI Original-Ersatzteile für die Wartung und Instandsetzung verwendet werden. Ohne vorherige schriftliche Genehmigung durch den Hersteller dürfen keinerlei Modifikationen an den verwendeten Ersatzteilen vorgenommen werden.

Produkt	Bestell-Nummer
C-650-Flash-Zerstäuber	11059162
C-650-Glas-Verneblerkammer	11059164
Schwarze Kunststoffmutter für Verneblerkammer, Durchmesser 13 mm	11059241
Schwarze Kunststoffmutter für Verneblerkammer, Durchmesser 30 mm	11059242
Schwarzer Pneumatikschlauch mit Stahlverschraubung und Einweggasventil für Zerstäuber	11059227
Vollständiger Abflussschlauchaufbau	11059239

11 Erklärungen

11.1 FCC requirements (for USA and Canada)

English:

This equipment has been tested and found to comply with the limits for a Class A digital device, pursuant to both Part 15 of the FCC Rules and the radio interference regulations of the Canadian Department of Communications. These limits are designed to provide reasonable protection against harmful interference when the equipment is operated in a commercial environment.

This equipment generates, uses and can radiate radio frequency energy and, if not installed and used in accordance with the instruction manual, may cause harmful interference to radio communications. Operation of this equipment in a residential area is likely to cause harmful interference in which case the user will be required to correct the interference at his own expense.

Français:

Cet appareil a été testé et s'est avéré conforme aux limites prévues pour les appareils numériques de classe A et à la partie 15 des réglementations FCC ainsi qu'à la réglementation des interférences radio du Canadian Department of Communications. Ces limites sont destinées à fournir une protection adéquate contre les interférences néfastes lorsque l'appareil est utilisé dans un environnement commercial.

Cet appareil génère, utilise et peut irradier une énergie à fréquence radioélectrique, il est en outre susceptible d'engendrer des interférences avec les communications radio, s'il n'est pas installé et utilisé conformément aux instructions du mode d'emploi. L'utilisation de cet appareil dans les zones résidentielles peut causer des interférences néfastes, auquel cas l'exploitant sera amené à prendre les dispositions utiles pour pallier aux interférences à ses propres frais.

Declaration of conformity
Konformitätserklärung
Déclaration de conformité
Dichiarazione di conformità
Declaración de conformidad

BÜCHI Labortechnik AG
Meierseggstrasse 40
9230 Flawil
SWITZERLAND

Serial number 1000209161

Declares, that the product / Erklärt, dass das Produkt / Déclare par la présente que le produit / Dichiara che il prodotto / Declara que el producto:

ELS Detector C-650

complies with the requirements of the European Directives / den Anforderungen der Richtlinien / est conforme aux exigences des directives européennes / soddisfa i requisiti delle norme europee / cumple los requerimientos de las Directivas Europeas:

2006/95/EEC	low voltage directive
2004/108/EEC	EMC directive

and is in accordance with the following standards / und den folgenden Normen entspricht / ainsi qu'aux normes suivantes / ed è conforme ai seguenti standard / y está confornre a losestandares siguientes:

EN 61010-1:2001
Safety requirements for electrical equipment for measurement, control and laboratory use - Part 1 : General requirements.

EN 61326-1:2013
(Electrical equipment for measurement, control and laboratory use. EMC Requirements: General requirements.)

Technical file responsible H. P. Gohn, Quality Manager and authorized EU representative
Meierseggstrasse 40, CH-9230 Flawil

Flawil, August 18th 2015

Christian Zwicky
Head of Innovation & Marketing - Member Exec Mgmt

Erich Koller
Head Quality Management

BÜCHI Tochtergesellschaften:

Europa

Schweiz/Österreich

BÜCHI Labortechnik AG
CH – 9230 Flawil
T +41 71 394 63 63
F +41 71 394 65 65
buchi@buchi.com
www.buchi.com

Benelux

BÜCHI Labortechnik GmbH
Branch Office Benelux
NL – 3342 GT Hendrik-Ido-Ambacht
T +31 78 684 94 29
F +31 78 684 94 30
benelux@buchi.com
www.buchi.be

Frankreich

BUCHI Sarl
FR – 94656 Rungis Cedex
T +33 1 56 70 62 50
F +33 1 46 86 00 31
france@buchi.com
www.buchi.fr

Deutschland

BÜCHI Labortechnik GmbH
DE – 45127 Essen
T +800 414 0 414 0 (Toll Free)
T +49 201 747 490
F +49 201 747 492 0
deutschland@buchi.com
www.buechigmbh.de

Italien

BUCHI Italia s.r.l.
IT – 20010 Cornaredo (MI)
T +39 02 824 50 11
F +39 02 57 51 28 55
italia@buchi.com
www.buchi.it

Russland

BUCHI Russia/CIS
Russia 127287 Moscow
T +7 495 36 36 495
F +7 495 981 05 20
russia@buchi.com
www.buchi.ru

Grossbritannien

BUCHI UK Ltd.
GB – Oldham OL9 9QL
T +44 161 633 1000
F +44 161 633 1007
uk@buchi.com
www.buchi.co.uk

Deutschland

BÜCHI NIR-Online
DE – 69190 Walldorf
T +49 6227 73 26 60
F +49 6227 73 26 70
nir-online@buchi.com
www.nir-online.de

Amerika

Brasilien

BUCHI Brasil
BR – Valinhos SP 13271-570
T +55 19 3849 1201
F +55 19 3849 2907
brasil@buchi.com
www.buchi.com

USA/Kanada

BUCHI Corporation
US – New Castle, DE 19720
T +1 877 692 8244 (Toll Free)
T +1 302 652 3000
F +1 302 652 8777
us-sales@buchi.com
www.mybuchi.com

Asien

China

BUCHI China
CN – 200052 Shanghai
T +86 21 6280 3366
F +86 21 5230 8821
china@buchi.com
www.buchi.com.cn

Indien

BUCHI India Private Ltd.
IN – Mumbai 400 055
T +91 22 667 75400
F +91 22 667 18986
india@buchi.com
www.buchi.in

Indonesien

PT. BUCHI Indonesia
ID – Tangerang 15321
T +62 21 537 62 16
F +62 21 537 62 17
indonesia@buchi.com
www.buchi.co.id

Japan

Nihon BUCHI K.K.
JP – Tokyo 110-0008
T +81 3 3821 4777
F +81 3 3821 4555
nihon@buchi.com
www.nihon-buchi.jp

Korea

BUCHI Korea Inc.
KR – Seoul 153-782
T +82 2 6718 7500
F +82 2 6718 7599
korea@buchi.com
www.buchi.kr

Malaysia

BUCHI Malaysia Sdn. Bhd.
MY – 47301 Petaling Jaya,
Selangor
T +60 3 7832 0310
F +60 3 7832 0309
malaysia@buchi.com
www.buchi.com

Singapur

BUCHI Singapore Pte. Ltd.
SG – Singapore 609919
T +65 6565 1175
F +65 6566 7047
singapore@buchi.com
www.buchi.com

Thailand

BUCHI (Thailand) Ltd.
TH – Bangkok 10600
T +66 2 862 08 51
F +66 2 862 08 54
thailand@buchi.com
www.buchi.co.th

BÜCHI Support-Center:

Südostasien

BUCHI (Thailand) Ltd.
TH-Bangkok 10600
T +66 2 862 08 51
F +66 2 862 08 54
bacc@buchi.com
www.buchi.com

Naher Osten

BÜCHI Labortechnik AG
UAE – Dubai
T +971 4 313 2860
F +971 4 313 2861
middleeast@buchi.com
www.buchi.com

Lateinamerika

BUCHI Latinoamérica Ltda.
BR – Valinhos SP 13271-200
T +55 19 3849 1201
F +55 19 3849 2907
latinoamerica@buchi.com
www.buchi.com

Wir werden weltweit von mehr als 100 Vertriebspartnern vertreten.
Ihren Händler vor Ort finden Sie unter: www.buchi.com